

# Entwicklung von Niederdruck-Carbonitrierprozessen zur Festigkeitssteigerung hochbelasteter Bauteile

Vom Fachbereich Produktionstechnik  
der  
UNIVERSITÄT BREMEN

zur Erlangung des Grades  
Doktor-Ingenieur  
genehmigte

Dissertation  
von  
Dipl.-Ing. Jörg Franke

Gutachter: Prof. Dr.-Ing. habil. Franz Hoffmann  
Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler, Universität Rostock

Tag der mündlichen Prüfung: 18.04.2018



## Dank

Zu allererst danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Franz Hoffmann für die Unterstützung und die fachlichen Diskussionen während meiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter sowie der Begutachtung dieser Arbeit.

Ebenso danke ich Herrn Prof. Dr.-Ing. habil. Olaf Keßler für die Übernahme des Zweitgutachtens.

Über die Zeit, in der ein Großteil der für diese Arbeit notwendigen Untersuchungen stattfand, hatte ich das Vergnügen, mit vielen außerordentlich netten Kolleginnen und Kollegen zu arbeiten. Dabei konnte ich von Erfahrungen von schon länger in der Forschung tätigen wissenschaftlichen Mitarbeitern, Technikern, Mechanikern, Labormitarbeitern und Leidensgenossen am Institut für Werkstofftechnik in Bremen profitieren. All diesen Kolleginnen und Kollegen danke ich zutiefst für die zugegebenermaßen auch nicht immer unproblematische Zeit am IWT. Ich hoffe, ich konnte einen Teil dieser Unterstützung zurückgeben.

Ganz besonderer Dank gilt Herrn Wegener. Seine Entscheidung, sich mit seinem Härtereibetrieb aktiv in der Forschung zu engagieren, machte es mir möglich, über den Tellerrand des Forschens in die Praxis blicken zu können. Ein nicht unerheblicher Teil der Untersuchungen konnte nur aufgrund dessen umgesetzt werden. Zudem danke ich Herrn Dr. Velten, Herrn Foit, Frau Wegener und allen weiteren Mitarbeiterinnen und Mitarbeitern der Wegener Härte-technik GmbH für die Unterstützung während meiner Zeit in Homburg.

Zu dieser Arbeit haben auch Menschen beigetragen, die nicht direkt mit der Forschung zu tun haben. Meine Eltern, mein Bruder (forscht in einem anderen Fachgebiet), Freunde und zeitweilige Weggenossen. Ich danke allen, die sich für das, was ich mache, interessiert, mit mir diskutiert, mich beraten und ausgehalten haben.

Danke Sarah.

Danke Bengt.





## Inhalt

|  |     |
|--|-----|
| Liste der Abkürzungen.....   | V   |
| Liste der Formelzeichen .....  | VII |
| 1 Einleitung .....   | 1   |
| 2 Motivation und Ziel der Untersuchungen.....                                      | 2   |
| 3 Stand der Technik .....  | 3   |
| 3.1 Stahl als Zwei- und Mehrkomponentensystem im Gleich- und Ungleichgewicht ..... | 3   |
| 3.1.1 Phasen und Gefüge .....  | 3   |
| 3.1.2 Der Begriff der Aktivität .....  | 5   |
| 3.1.3 Festigkeitssteigerung mit Hilfe von Kohlenstoff und Stickstoff .....         | 8   |
| 3.1.4 Einsatzstähle .....  | 10  |
| 3.2 Einsatzhärteverfahren mit Gasatmosphären .....                                 | 13  |
| 3.2.1 Gasaufkohlen und Gascarbonitrieren .....                                     | 13  |
| 3.2.2 Niederdruck-Aufkohlen mit Hochdruckgasabschrecken.....                       | 19  |
| 3.2.3 Niederdruck-Carbonitrieren.....  | 24  |
| 3.3 Lebensdauer – Definition und Einflüsse .....                                   | 25  |
| 3.3.1 Der Wöhlerversuch .....  | 25  |
| 3.3.2 Werkstoffermüdung bei zyklischer Beanspruchung .....                         | 27  |
| 3.4 Oxidation von Eisen und Stahl in Gasen .....                                   | 33  |
| 3.5 Beanspruchungen am Zahn einer Evolventenverzahnung .....                       | 35  |
| 4 Durchführung .....   | 37  |
| 4.1 Untersuchte Werkstoffe .....   | 37  |
| 4.1.1 18CrNiMo7-6 .....  | 37  |
| 4.1.2 20CrMo4 .....  | 43  |
| 4.1.3 20MoCrS4.....  | 48  |
| 4.2 Probengeometrie und Herstellung .....  | 51  |
| 4.2.1 Couponproben .....   | 51  |
| 4.2.2 Thermowaageproben.....   | 51  |
| 4.2.3 Umlaufbiegeproben.....   | 51  |
| 4.2.4 Zahnräder .....  | 52  |
| 4.3 Anlagen und Analysemethoden.....   | 53  |
| 4.3.1 Niederdruck-Zweikammeranlage – Ipsen RVTC.....                               | 53  |
| 4.3.2 Niederdruck-Mehrkommeranlage – ALD ModulTherm .....                          | 53  |
| 4.3.3 Plasmanitrieranlage Rohde PGN.....   | 54  |
| 4.3.4 Thermowaage .....  | 54  |
| 4.3.5 Umlaufbiegemaschine .....  | 54  |
| 4.3.6 Pulsatorprüfstand.....   | 55  |
| 4.3.7 Optische Emissionsspektroskopie .....  | 55  |
| 4.3.8 Röntgendiffraktometer .....  | 56  |
| 4.3.9 Weißlichtinterferometer.....   | 57  |
| 4.3.10 Metallographie .....  | 58  |
| 4.3.11 Rasterelektronenmikroskop .....   | 58  |
| 4.4 Anlageneinfluss und Prozessgestaltung .....                                    | 58  |

|       |   |     |
|-------|---|-----|
| 4.5   | Wärmebehandlungen .....   | 60  |
| 4.5.1 | WB - Feinkornbeständigkeit.....   | 60  |
| 4.5.2 | WB - Carbidbildung und Wiederauflösung .....  | 61  |
| 4.5.3 | WB - Effusionsuntersuchungen .....  | 62  |
| 4.5.4 | WB - Kurzzeit-Carbonitrieren .....  | 63  |
| 4.5.5 | WB - Thermisches Ätzen / Voroxidation .....   | 63  |
| 4.5.6 | Wärmebehandlungen der Umlaufbiegeproben .....   | 63  |
| 4.5.7 | Wärmebehandlungen der Zahnradvarianten .....  | 65  |
| 4.6   | Lebensdaueruntersuchungen .....   | 67  |
| 4.6.1 | Auswertung mit Hilfe der Maximum-Likelihood-Methode .....   | 68  |
| 4.6.2 | Auswertung mit Hilfe eines modifizierten Treppenstufenverfahrens .....  | 70  |
| 5     | Ergebnisse .....  | 71  |
| 5.1   | Anlageneinfluss und Prozessgestaltung .....   | 71  |
| 5.1.1 | Kurzzeit-Carbonitrieren des 18CrNiMo7-6 bei anlagenbedingter, unzureichender Stickstoffaufnahme.....                    | 75  |
| 5.1.2 | Kurzzeit-Carbonitrieren des 20CrMo4 bei anlagenbedingter, unzureichender Stickstoffaufnahme.....                        | 77  |
| 5.2   | 18CrNiMo7-6 - Ergebnisse .....  | 79  |
| 5.2.1 | Carbidbildung und Wiederauflösung .....   | 79  |
| 5.2.2 | Effusionsuntersuchungen .....   | 81  |
| 5.2.3 | Thermisches Ätzen nach Voroxidation im Luftumwälzofen .....   | 83  |
| 5.2.4 | Thermisches Ätzen nach geregelter Voroxidation in PGN .....   | 85  |
| 5.3   | 20CrMo4 - Ergebnisse.....   | 88  |
| 5.3.1 | Feinkornbeständigkeit.....  | 88  |
| 5.3.2 | Carbidbildung und Wiederauflösung .....   | 90  |
| 5.3.3 | Effusionsuntersuchungen .....   | 93  |
| 5.3.4 | Thermisches Ätzen / Voroxidation .....  | 96  |
| 5.4   | 20MoCrS4 Ergebnisse.....  | 100 |
| 5.4.1 | Thermisches Ätzen nach geregelter Voroxidation in PGN .....   | 100 |
| 5.5   | Lebensdaueruntersuchungen .....   | 102 |
| 5.5.1 | Umlaufbiegung.....  | 102 |
| 5.5.2 | Pulsatorversuche der Zahnradvarianten .....   | 120 |
| 6     | Auswertung .....  | 130 |
| 6.1   | Fehlerabschätzung .....   | 130 |
| 6.2   | Anlageneinfluss und Prozessgestaltung - Ableitung von Prozessführungsstrategien für ein Niederdruck-Carbonitrieren..... | 131 |
| 6.3   | Ableitung der Wärmebehandlungsvarianten für die Umlaufbiegung .....   | 136 |
| 6.3.1 | Einfluss einer Voroxidation auf thermisches Ätzen .....   | 136 |
| 6.3.2 | Voroxidation und Manganeffusion .....   | 138 |
| 6.3.3 | Stickstoffpartialdrücke und Manganeffusion .....  | 140 |
| 6.3.4 | Carbidbildung und Carbidwiederauflösung .....   | 140 |
| 6.4   | Auswertung der Umlaufbiegung und Ableitung der Zahnradvarianten.....  | 142 |
| 6.4.1 | 20CrMo4 .....   | 142 |
| 6.4.2 | 18CrNiMo7-6 .....   | 144 |

|       |  |     |
|-------|--|-----|
| 6.4.3 | Ableitung der Zahnradvarianten aus den Ergebnissen der Umlaufbiegung ..... | 146 |
| 6.5   | Auswertung der Pulsatorversuche der Zahnradvarianten .....                 | 148 |
| 7     | Zusammenfassung .....  | 156 |
| 8     | Ausblick .....   | 160 |
| 9     | Literaturverzeichnis .....   | 163 |

---

## Liste der Abkürzungen

|              |   |
|--------------|---|
| At           | Aufkohlungstiefe  |
| $\alpha'$    | Martensit   |
| $\alpha'_i$  | Martensit aus Eisen und Interstitionselement <i>i</i>                           |
| $\alpha''_i$ | 1. Anlassstufe von Martensit aus Eisen und Interstitionselement <i>i</i>        |
| BSE          | Rückstreuelektronen (engl.: back-scatter electrons)                             |
| CBV          | Variante der Wärmebehandlung zu Vermeidung der Carbidbildung                    |
| CHD          | Einsatzhärtungstiefe (engl.: case hardening depth)                              |
| ES           | Eigenspannungen   |
| EKD          | Eisen-Kohlenstoff-Diagramm  |
| ESD          | Eisen-Stickstoff-Diagramm   |
| GARS         | Variante der Wärmebehandlung der Zahnräder, Gasaufkohlen und Reinigungsstrahlen |
| GD-OES       | Glimmentladungsspektroskopie (engl.: glow discharge optical emission spectr.)   |
| HRC          | Härte Rockwell Methode C  |
| HV           | Härte Vickers   |
| KCN          | Variante der Wärmebehandlung, Kurzzeit-Carbonitriert                            |
| LUO          | Luftumwälzofen  |
| Lz           | Lastzyklus, ganzzahliges Durchlaufen einer Schwingungsperiode im Wöhlerversuch  |
| Ma.-%        | Massenprozent   |
| $M_s$        | Martensitstarttemperatur  |
| $M_f$        | Martensitfinishtemperatur   |
| MT           | Bauart des verwendeten Niederdruck-Ofens ModulTherm (Hersteller ALD)            |
| NDAK         | Niederdruck-Aufkohlen   |
| NDCN         | Niederdruck-Carbonitrieren  |
| Opt.-18      | Optimierungsvariante der Wärmebehandlung der Zahnräder (18CrNiMo7-6)            |
| Opt.-20      | Optimierungsvariante der Wärmebehandlung der Zahnräder (20MoCrS4)               |
| OES          | Optische Emissionsspektroskopie   |
| RA           | Restaustenit  |
| REM          | Rasterelektronenmikroskop   |
| Rox          | Randoxidation   |
| RT           | Raumtemperatur  |
| RVTC         | Bauart des verwendeten Niederdruck-Ofens (Hersteller Ipsen)                     |
| SP           | Variante der Wärmebehandlung als Standardprozess (Referenzprozess)              |
| VOX          | Variante der Wärmebehandlung, Voroxidiert                                       |
| WLI          | Weißlichtinterferometer   |

---

## Liste der Formelzeichen

|               |   |                         |
|---------------|---|-------------------------|
| $a_i$         | Aktivität eines Stoffes   | -                       |
| $a_{i,k}^j$   | Aktivität eines Stoffes $i$ , in Umgebung $j$ , mit $k$ als Referenzzustand | -                       |
| $a$           | Risslänge   | $\mu\text{m}$           |
| $\alpha$      | Winkel  | $^\circ$                |
| $\alpha_{FN}$ | Eingriffswinkel der Normalkraft an einer Zahnflanke                         | $^\circ$                |
| $\beta$       | Kohlenstoffübergangszahl  | $\text{g/cm}^2\text{s}$ |
| $c$           | Konstante   | -                       |
| $c_a$         | Konstante   | -                       |
| $c_b$         | Konstante   | -                       |
| $c_C$         | Kohlenstoffkonzentration  | Massenprozent           |
| $C_g$         | Kohlenstoffgrundgehalt  | Massenprozent           |
| $C_P$         | C-Pegel   | Massenprozent           |
| $C_R$         | Kohlenstoffpotential im Bauteilrand   | Massenprozent           |
| $d$           | Stufensprung im modifizierten Treppenstufenverfahren nach Hück              | $\text{MPa}$            |
| $D$           | Diffusionskoeffizient   | $\text{m}^2/\text{s}$   |
| $D_C^\gamma$  | Diffusionskoeffizient des Kohlenstoffs im Austenit                          | $\text{m}^2/\text{s}$   |
| $\partial$    | partieller Differentialoperator   | -                       |
| $G$           | Freie Enthalpie   | $\text{J/mol}$          |
| $e$           | Eulersche Zahl  | -                       |
| $f_i$         | Anzahl der Ereignisse auf Stufe $i$   | -                       |
| $F$           | Kraft   | $\text{N}$              |
| $F_N$         | Normalkraft   | $\text{N}$              |
| $F_R$         | Radialkomponente einer Normalkraft  | $\text{N}$              |
| $F_T$         | Tangentialkomponente einer Normalkraft                                      | $\text{N}$              |
| $\gamma_e$    | Hilfsgröße zur Berechnung des Biegehebelarms                                | $^\circ$                |
| $h_{fe}$      | Biegehebelarm für Zahnfußbeanspruchung                                      | $\text{mm}$             |
| $i$           | Index der Stufe des modifizierten Treppenstufenverfahrens nach Hück         | -                       |
| $K$           | Spannungsintensitätsfaktor  | -                       |
| $k$           | Konstante   | -                       |
| $k_h$         | Varianz der Stichprobe nach Treppenstufenverfahren von Hück                 | $(\text{MPa})^2$        |
| $K_A$         | Anwendungsfaktor  | -                       |
| $K_{F\alpha}$ | Stirnfaktor   | -                       |
| $K_{F\beta}$  | Breitenfaktor   | -                       |
| $K_i$         | Gleichgewichtskonstanten der Gasaufohlung                                   | -                       |

|                       |   |                     |
|-----------------------|---|---------------------|
| $K_V$                 | Dynamikfaktor   | -                   |
| $\dot{m}$             | Massenfluss Kohlenstoff durch die Oberfläche bei einem Aufkohlen  | g/cm <sup>2</sup> s |
| $M_C$                 | Masse Kohlenstoff, die aufgenommen wurde  | g                   |
| $m_n$                 | Normalmodul der Evolventenverzahnung  | mm                  |
| $\mu_i$               | Potential eines Stoffes   | J/mol               |
| $v_C^a$               | Konstante zur Ermittlung des Temperatureinflusses auf die Kohlenstoffaktivität nach Slycke                                  | -                   |
| $v_{N_2}^a$           | Konstante zur Ermittlung des Temperatureinflusses auf die Stickstoffaktivität gegenüber N <sub>2</sub> nach Slycke          | -                   |
| $v_{\varepsilon-N}^a$ | Konstante zur Ermittlung des Temperatureinflusses auf die Stickstoffaktivität gegenüber $\varepsilon$ -Nitriden nach Slycke | -                   |
| $p$                   | Partialdruck  | Pa                  |
| %C                    | Kohlensotffpegel einer Kohlunsgsatmosphäre  | -                   |
| $\pi$                 | Kreiszahl Pi  | -                   |
| $R$                   | Allgemeine Gaskonstante   | 8,314 J/mol K       |
| $R_\sigma$            | Spannungsverhältnis   | -                   |
| $R_W$                 | Spannungsverhältnis Ober- zu Unterspannung im Pulsatorversuch   | -                   |
| $\rho_F$              | Zahnfußradius   | mm                  |
| $S_{Fmin}$            | Sicherheitsfaktor gegen Zahnfußbruch  | -                   |
| $S_{FN}$              | Zahnfußdickensehne  | mm                  |
| $\sigma$              | Spannung  | MPa                 |
| $\sigma_A$            | Spannungsamplitude  | MPa                 |
| $\sigma_{FOB}$        | Zahnfuß-Nennspannung nach Methode B   | MPa                 |
| $\sigma_F$            | Zahnfußspannung   | MPa                 |
| $\sigma_{Flim}$       | Dauerfest ertragene Zahnfußbiegespannung  | MPa                 |
| $\sigma_{FP}$         | Zulässige Zahnfußspannung   | MPa                 |
| $\sigma_m$            | Mittelspannung  | MPa                 |
| $\sigma_o$            | Obere Lastspannung  | MPa                 |
| $\sigma_u$            | Untere Lastspannung   | MPa                 |
| $t$                   | Zeit  | s                   |
| $T$                   | Absolute Temperatur   | K                   |
| $\vartheta$           | Temperatur  | °C                  |
| $\chi$                | Molenbruch  | -                   |
| $x$                   | Statistische Variable   | MPa                 |
| $\bar{x}$             | Schätzwert für den Mittelwert der Grundgesamtheit   | MPa                 |
| $Y$                   | Geometriefaktor   | -                   |
| $Y_\beta$             | Schrägenfaktor (Zahnfuß)  | -                   |
| $Y_{\delta relT}$     | relative Stützziffer  | -                   |
| $Y_F$                 | Formfaktor  | -                   |



|            |  |   |
|------------|--|---|
| $Y_S$      | Spannungskorrekturfaktor                                 | - |
| $Y_{ST}$   | Spannungskorrekturfaktor des Standard-Referenz-Prüfrades | - |
| $Y_{NT}$   | Lebensdauerfaktor  | - |
| $Y_{RelT}$ | Oberflächenfaktor  | - |
| $Y_X$      | Größenfaktor   | - |

---

## 1 Einleitung

Eine Wärmebehandlung verfolgt stets das Ziel, an einem Bauteil die möglichst besten Eigenschaften für den vorgesehenen Einsatzzweck einzustellen. Hiermit ist keine Einschränkung auf einen abschließenden Produktionsschritt gemeint, sondern dies umfasst auch alle Zwischenschritte, die in der Fertigungskette einen Bearbeitungsschritt wirtschaftlich machen oder sogar erst ermöglichen. Zum Beispiel ein Zwischenglühprozess in einer Folge von Umformungen, die ohne Abbau der hohen Versetzungsdichte und damit Verfestigung gar nicht den gewünschten Endquerschnitt beschädigungsfrei erreichen könnten.

Schon im Mittelalter war man in der Lage, sich das Phänomen der Festigkeitssteigerung durch Härten zu Nutze zu machen. Doch erst Anfang des letzten Jahrhunderts ist in der Wärmebehandlung von Stahl der Durchbruch zu tieferem Verständnis in die dabei im Werkstoff ablaufenden Vorgänge gelungen. Noch heute wird der hauptsächlich die Härte und Festigkeit eines Stahls steigernde Effekt nach dem Entdecker des dabei entstehenden Gefüges, Adolf Martens, als Martensitbildung benannt. Dieses Gefüge zeichnet sich durch derart hervorragende mechanische Eigenschaften aus, dass die Anwendung bis heute Stand der Technik und aktueller Gegenstand der Forschung ist. Aufgrund seiner Eigenschaften wird Martensit allerdings erst gegen Ende einer Fertigungskette eingestellt, da er wegen der hohen Härte im Vergleich zu anderen Gefügen kaum umformbar und nur unter besonderem Aufwand spanend zu bearbeiten ist. Eine Festigkeitssteigerung durch Martensitbildung von Eisen ist zum Beispiel durch eine Legierung mit Kohlenstoff möglich. Die Allotropie des Atomgitters einhergehend mit einer abnehmenden Löslichkeit ermöglicht unter einer schnellen Abkühlung eines hinreichend erwärmten und mit Kohlenstoff gesättigten austenitischen Mischkristalls das martensitische Härten. In Eisen ist eine Martensitbildung auch mit Stickstoff statt Kohlenstoff möglich und auch bei Titan ist eine martensitische Gitterscherung bekannt, die allerdings nicht zu einer Festigkeitssteigerung führt. In kohlenstofflegiertem Eisen kommt es jedoch auch in nicht zwangsgelöstem Zustand zu der Bildung einer sehr harten und spröden Phase, dem Zementit (Zusammensetzung  $\text{Fe}_3\text{C}$ ). Unter mechanischer Betrachtungsweise lässt sich mit dieser Phase im Stahl eine Ausscheidungshärtung erreichen. Zwar wären dabei entstehende Gefüge nicht vergleichbar mit Martensit, aber hohe Kohlenstoffgehalte mit einhergehend hohem Zementitanteil stellen in Stählen eine Hürde in der Fertigung dar. Diese Stähle sind schlechter umformbar, schlechter zerspanbar und verursachen hohe Kosten in der Fertigung. Zwei weitere Umstände führen dazu, dass Stähle häufig mit eher geringen Kohlenstoffgehalten durch eine Fertigungskette gelangen, am Ende aber trotz des eigentlich zu niedrigen Grundkohlenstoffgehalts martensitisch gehärtet werden können. Zum einen kann Kohlenstoff über geeignete Verfahren in die Randschicht eines Bauteils eingebracht werden. Frühe Verfahren arbeiteten mit der Verwendung von Holzkohle, in der ein zu

härtendes Bauteil erhitzt wurde. Die mit der Temperatur steigende Löslichkeit für den Kohlenstoff und der Übergang des Kohlenstoffs in den Stahl sowie die Diffusion in das Bauteilinnere ermöglichen recht einfach, ausreichende Mengen gelösten Kohlenstoffs in den Randbereich eines Bauteils einzubringen, der dann durch ein hinreichend schnelles Abschrecken in der Randschicht martensitisch härtet. Zum anderen spricht für eine derartige Randschichthärtung, dass die mechanische Beanspruchung vieler Bauteile über den Querschnitt nicht konstant ist. Ein Biegebalken erfährt seine maximale Beanspruchung im äußersten Bereich. Gleiches gilt für durch Torsion beanspruchte Bauteile. Ein Bauteil, das über den gesamten Querschnitt eine Festigkeit aufweist, um der durch Biegung oder Torsion verursachten maximalen Spannungen standzuhalten, wäre überdimensioniert. Hohe Festigkeiten am Rand sind in sehr vielen Anwendungsfällen vollkommen ausreichend. Zusammen führten die schlechtere Bearbeitbarkeit von Stählen höherer Kohlenstoffgehalte, die Möglichkeit nachträglich Kohlenstoff in den Werkstoff einzubringen und die Spannungsverteilung von am Rand maximal beanspruchten Bauteilen zu dem schließlich entwickelten Einsatzhärten.

Der stetige Fortschritt hat einen inzwischen sehr weit gefächerten Bereich der thermochemischen Wärmebehandlung begründet. Hierin werden alle Verfahren unter Einsatz von Temperatur und einer Änderung der chemischen Zusammensetzung eines Werkstoffs verstanden. Heutige Einsatzhärtungsprozesse werden nicht mehr in Holzkohle durchgeführt, wie noch in den meisten Fällen in den 50er Jahren, sondern mit kohlenstoffhaltigen Gasen. Die Vorteile einer Anreicherung der Randschicht mit Kohlenstoff in Gasatmosphären liegt auf der Hand: Die Geometrie der Bauteile spielt eine zunächst untergeordnete Rolle. Die vorliegende Arbeit setzt sich mit dem Einsatzhärten und Carbonitrieren in gasförmigen Atmosphären, überwiegend im Niederdruck, und somit einem Teilbereich der thermochemischen Wärmebehandlungen auseinander.

## 2 Motivation und Ziel der Untersuchungen

Aufgrund der nahezu sauerstofffreien Atmosphäre versprach man sich von einem Niederdruck-Aufkohlen ein Wärmebehandlungsverfahren, welches aufgrund der ausbleibenden Randoxidation hohe Dauerfestigkeiten ohne Nachbearbeitung der Oberflächen ermöglicht. In unterschiedlichen Arbeiten zeigte sich jedoch, dass diese Erwartungen nicht erfüllt werden [\[Cla03\]](#). Die Ursache wird bisher in Randschichtbeeinflussungen gesehen, deren Mechanismen durch die Druckverhältnisse und die hohen Temperaturen ausgelöst werden.

Es wurde festgestellt, dass die Oberfläche nicht unbeeinflusst aus dem Prozess eines Niederdruck-Aufkohlens hervorgeht. Durch einen als thermisches Ätzen bezeichneten Vorgang kommt es zu einem Einfallen der Korngrenzen und dadurch zu Rauheits- und Kerbeffekten an der Bauteiloberfläche. Weiterhin führen die niedrigen Drücke und hohen Temperaturen zu einer Effusion von Legierungselementen. Betroffen sind hierbei vorwiegend Mangan und bei

höheren Temperaturen ab 1000 °C auch Stickstoff. Die Härbarkeit der Randschicht wird herabgesetzt und so wird auch die Dauerfestigkeit verringert.

Ein bisher wenig beachteter Aspekt stellt die hohe Aufkohlungswirkung einer Niederdruckatmosphäre mit Acetylen dar, bei der es über ausreichend andauernder Acetylenzugabe zu einer Bildung von Carbiden in der Randschicht kommen kann. Es wird in diesem Zusammenhang vermutet, dass die Carbidbildung und -auflösung die Homogenität der Legierungselementverteilung und damit die lokale Härbarkeit beeinflussen. Die vorgenannten Aspekte werden im Stand der Technik eingehender dargestellt. Die Forschung zeigte in der letzten Zeit, dass diese Mechanismen durch geeignete Maßnahmen durchaus verringert oder sogar vermieden werden könnten [Fra12].

Ziel der geplanten Untersuchungen war daher, das Niederdruck-Aufkohlen fokussiert auf die Wirkung dieser Mechanismen zu verbessern und die Vorgänge genauer zu klären, um das weitere Potential des Niederdruck-Aufkohlens aufzuzeigen. Hierzu sollten einzelne Mechanismen identifiziert und getrennt untersucht sowie deren Auswirkung auf die mechanischen Eigenschaften hinsichtlich der Schwingfestigkeit der resultierenden Randschicht ermittelt werden. Mit Hilfe der Ergebnisse sollten abschließend Prozesse entwickelt werden, die gesteigerte Zahnradfestigkeiten durch ein Niederdruck-Carbonitrieren bei Vermeidung von unerwünschten Randschichtbeeinflussungen erreichen.

### 3 Stand der Technik

#### 3.1 Stahl als Zwei- und Mehrkomponentensystem im Gleich- und Ungleichgewicht

##### 3.1.1 Phasen und Gefüge

Eisen ist im festen Zustand üblicherweise aus einzelnen Kristalliten unterschiedlicher Ausrichtung aufgebaut. Diese werden auch als Körner bezeichnet. Die Grenzflächen dieser Kristallite werden nennt man Korngrenzen [Dch04]. Die atomare Struktur des Eisens lässt sich bei Raumtemperatur durch eine kubisch-raumzentrierte Elementarzelle beschreiben und wird als  $\alpha$ -Modifikation oder Ferrit bezeichnet. Erhöht sich die Temperatur, findet bei 912 °C ein allotroper Vorgang statt, der diese Elementarzelle nun über eine kubisch-flächenzentrierte Anordnung der Atome beschreiben lässt. Dieser als  $\gamma$ -Modifikation bekannte Zustand wird auch Austenit genannt. Bei weiterer Steigerung der Temperatur findet bei 1394 °C wiederum ein Übergang zu einer erneut kubisch-raumzentrierten Elementarzelle, der  $\delta$ -Modifikation oder auch  $\delta$ -Ferrit statt [Rea11].

Eine Mischung aus Eisen und Kohlenstoff wird bei geringen Kohlenstoffgehalten bis zu ca. 2,08 Ma.-% als Stahl bezeichnet. Dies entspricht der maximalen Löslichkeit von Kohlen-

stoff in der als Austenit bezeichneten, kubisch-flächenzentrierten  $\gamma$ -Modifikation des Eisens. Die als Ferrit bezeichnete  $\alpha$ -Modifikation der Elementarzelle (von RT bis 911 °C) hat eine maximale Löslichkeit von 0,02 Ma.-% Kohlenstoff bei 723 °C. Mit dem allotropen Vorgang steigt die Löslichkeit für Kohlenstoff im mittleren Temperaturbereich stark an. Austenit hat eine maximale Löslichkeit von 2,08 Ma.-%. Dies jedoch bei 1147 °C. In beiden Modifikationen belegen die Kohlenstoffatome in interstitieller Lösung die Oktaederlückenplätze des Eisengitters [Dch04]. In diesem Zweistoffsystem besteht die Möglichkeit zur Bildung einer intermediären Verbindung der Zusammensetzung  $\text{Fe}_3\text{C}$  (Zementit). Diese Verbindung entsteht beispielsweise dann, wenn schmelzflüssiger Stahl mit mehr als 0,02 Ma.-% Kohlenstoffgehalt nahe des thermodynamischen Gleichgewichts auf Raumtemperatur abgekühlt wird. Die Zusammenhänge zwischen Temperatur, Kohlenstoffgehalt und dem Existenzbereich dieser Zustände wird seit langem erforscht und eigentlich jedes Grundlagen vermittelnde Lehrbuch zum Thema Werkstoffkunde enthält das aus dieser Forschung hergeleitete Eisen-Kohlenstoff-Diagramm (EKD). Es wird daher an dieser Stelle als bekannt vorausgesetzt. Dennoch werden grundlegende Begriffe erläutert, die in dieser Arbeit relevant sind. Das EKD ist ein Phasendiagramm. Eine Phase ist ein makroskopischer Bereich mit gleichen chemischen oder physikalischen Eigenschaften des Werkstoffs, der eindeutig beschrieben werden kann [Mit10]. Zwischen diesen einzelnen Bereichen verschiedener chemischer oder physikalischer Eigenschaften befindet sich eine Phasengrenze. Ein Phasendiagramm stellt von der Temperatur und der Zusammensetzung abhängige "Existenzbereiche" von Phasen dar, wobei innerhalb eines Existenzbereichs auch mehrere Phasen vorkommen können. Stahl mit 0,5 Ma.-% Kohlenstoff ist bei ausreichend langer Verweildauer auf 800 °C aus nur einer Phase zusammengesetzt,  $\gamma$ -Phase (Austenit). Der Kohlenstoff befindet sich gleichmäßig verteilt in interstitieller Lösung. Bei 750 °C bestehen 2 Phasen gleichzeitig,  $\alpha$ - und  $\gamma$ -Phase (Ferrit und Austenit). Bei Raumtemperatur hingegen besteht dieser Stahl aus den Phasen  $\alpha$  (Ferrit) und  $\text{Fe}_3\text{C}$  (Zementit).

Um einen Stahl zu charakterisieren, wird häufig der Begriff Gefüge verwendet, was hier mit der Einführung der Begriffe Ferrit, Austenit und Zementit bereits teilweise erfolgte. Das Gefüge beschreibt, in welcher Weise sich die einzelnen Kristallite bzw. Körner aus einzelnen Phasen zusammensetzen. Ferrit als Gefügebestandteil ist ein Bereich, in dem der Werkstoff eine kubisch-flächenzentrierte Elementarzelle aufweist. Perlit hingegen ist ein Gefügebestandteil, in dem der Werkstoff eine Abfolge von  $\alpha$ -Phase (Ferrit) und lamellarem  $\text{Fe}_3\text{C}$  (Zementitlamellen) aufweist. Das Gefüge kann aus unterschiedlichen Phasen aufgebaut sein und zudem aus verschiedenen Gefügebestandteilen bestehen. Üblicherweise sind die einzelnen Körner einem Gefügebestandteil zugeordnet. Durch Präparation eines metallographischen Schliffs und einer entsprechenden nasschemischen Behandlung der Schliffoberfläche lässt sich das Gefüge mit Hilfe eines Mikroskops sichtbar machen (siehe Kapitel 4.3.10).

Eine grundlegende Voraussetzung bei der Betrachtung des EKD ist, dass es im System Fe-Fe<sub>3</sub>C metastabil und im System Fe-C als stabil anzusehen ist. Letzteres wird auch als System im thermodynamischen Gleichgewicht bezeichnet. Dieses Gleichgewicht wird in erster Linie durch thermisch aktivierte Vorgänge erreicht, die in technischer Hinsicht sehr langsam ablaufen. Kohlenstoff findet man in Form von Graphit in Stahl zumeist nicht an. Selbst das metastabile System Fe-Fe<sub>3</sub>C dient in erster Linie zur Darstellung grundlegender Vorgänge. Für das Zweistoffsystem Eisen-Stickstoff existiert ebenfalls ein Phasendiagramm, kurz ESD, in dem die Phasen in Abhängigkeit der Temperatur und Konzentration angegeben sind [Mit10, Gav99]. Da ein Niederdruck-Carbonitrieren in erster Linie die Randschichtzusammensetzung in Bezug auf diese Elemente verändert, wird in den weiteren Kapiteln gezielter auf die Wirkung dieser Elemente in Eisen eingegangen.

### 3.1.2 Der Begriff der Aktivität

Während einer thermochemischen Wärmebehandlung wird die Zusammensetzung des Werkstoffs verändert. Wie in Kapitel 3.1.1 dargelegt, hat die Zusammensetzung Einfluss auf die Bildung unterschiedlicher Phasen im Werkstoff. Die Thermodynamik bietet einen Ansatz, diese Systeme zu beschreiben und abzuschätzen, wann welche Phase existieren kann. Das Gesamtsystem hat die Gibbssche Energie [Man73],

$$G = H - TS, \quad \text{Glg. 3-1}$$

die sich bei konstanter Temperatur und Druck aus den Energien der Einzelkomponenten zusammensetzt, welche sich ebenfalls durch das chemische Potential  $\mu_i$  multipliziert mit dem Stoffmengenanteil  $n_i$  darstellen lassen:

$$G = \sum_{i=1}^k \mu_i \cdot n_i. \quad \text{Glg. 3-2}$$

Das chemische Potential ist definiert als [Fro94]:

$$\mu_i = \mu_i^0 + R T \ln(a_i) \quad \text{Glg. 3-3}$$

Hierin ist  $\mu_i^0$  das chemische Standardpotential der Komponente  $i$  unter den vorliegenden Umgebungsbedingungen der Lösung,  $R$  die universelle Gaskonstante,  $T$  die absolute Temperatur und  $a_i$  die vorliegende thermodynamische Aktivität. Letztere beschreibt die Tendenz einer Komponente, die sie enthaltende Phase zu verlassen [Man73]. Weiterhin gilt für ein

System, das aus den teilweise ineinander löslichen Komponenten A und B und 2 koexisten-  
ten Phasen  $\alpha$  und  $\beta$  besteht und das sich zudem im thermodynamischen Gleichgewicht be-  
findet [Mit10]:

$$\mu_A^\alpha = \mu_A^\beta ; \mu_B^\alpha = \mu_B^\beta \quad \text{Glg. 3-4}$$

Da der Werkstoff beispielsweise während der Aufkohlung üblicherweise unter konstantem Druck und konstanter Temperatur gehalten wird, ändert sich aus Sicht des Potentials nur die konzentrationsabhängige Aktivität  $a_i$ . Genauer gesagt die Aktivität des Kohlenstoffs im Austenit  $a_C^\gamma$ . Die Definition des Gleichgewichts bedeutet, dass keine Änderung im System stattfindet. Daher muss man annehmen, dass zum Zeitpunkt der Betrachtung der Kohlenstoffgehalt konstant ist, bzw. dass vereinfachend ein lokales Gleichgewicht im betrachteten Werkstoffvolumen vorliegt. Die Gleichung Glg. 3-4 lässt damit zu, dass für die Bestimmung der Aktivität ein beliebiger Zustand als Bezug gewählt werden kann. In der Literatur ist hierbei häufiger Graphit als Bezug in Systemen zu finden, in denen es um die Aufkohlung von Stahl geht [Lee74, Sly81b, Bra81, Mit95]. Folge dieser Wahl ist, dass bei dem Kohlenstoffgehalt der zur ersten Bildung von Graphit führt, die Aktivität gleich 1 ist. Mit anderen Worten: Die Grenzlinie zwischen den Existenzbereichen der Phase Austenit ( $\gamma$ ) und dem Zweiphasengebiet ( $\gamma + C_{Gr.}$ ) wird durch die Punkte beschrieben, an denen die Aktivität des Kohlenstoffs im Austenit mit dem Bestreben, sich als Graphit auszuscheiden, gleich 1 ist. In der Wärmebehandlung ist es somit möglich, durch eine einzelne dimensionslose Größe zu beschreiben, ob die Tendenz zur Bildung einer bestimmten Phase innerhalb des Werkstoffs besteht. Dabei sollte beachtet werden, die Aktivität in einer Form anzugeben, die eindeutig ist. Dies beinhaltet neben der Komponente, deren Aktivität betrachtet wird, die Angabe der Phase, in der sich die Komponente befindet sowie die Angabe des Bezugszustands. Die Aktivität von Kohlenstoff in Austenit in Bezug auf die Tendenz, sich als Graphit auszuscheiden, ist nach der Notation in dieser Arbeit  $a_{C,Gr.}^\gamma$ .

In der Literatur sind verschiedene Ansätze für die Berechnung der Kohlenstoffaktivität angegeben. Lee et. al. veröffentlichten folgenden Ansatz [Lee74], wobei Brandis in seinen Versuchen dazu Werte für den Fitparameter  $k$  liefert [Bra81]:

$$a_{C, Gr.(Brandis)}^\gamma = \frac{k(\chi_C(1 + 12 \chi_C))}{1 - \chi_C - 12 \chi_C^2} \quad \text{Glg. 3-5}$$

$$\log k = a \cdot \frac{10^4}{T} + b = -0,884 + 0,220 \cdot \frac{10^4}{T} \quad \text{Glg. 3-6}$$



Einen weiteren Ansatz zur Berechnung der Kohlenstoffaktivität liefert Slycke in [Sly81, Sly81b], der ebenfalls auf dem *geometric exclusion model* basiert. Dabei wird angenommen, dass ab einer bestimmten Konzentration die Wechselwirkungen zwischen den Kohlenstoffatomen so groß werden, dass ein weiteres in Lösung Aufnehmen das Potential so weit erhöht, dass eine Ausscheidung von Kohlenstoff einsetzt, also die Aktivität des Kohlenstoffs im Austenit größer eins wird. Es ist:

$$a_{C,Gr.(Slycke)}^{\gamma} = v_C^a \cdot \frac{\chi_C}{1 - 5 \chi_C} \quad \text{Glg. 3-7}$$

$$\log v_C^a = \frac{2048}{T} - 0,6387 \quad \text{Glg. 3-8}$$

Wobei Gleichung Glg. 3-7 bedeutet, dass ein Kohlenstoffatom alle 4 benachbarten Oktaederlückenplätze und den eigenen „belegt“. Der Faktor  $v_C^a$  stellt eine temperaturabhängige Proportionalität her und schließt so die Kausalität zu Lee's bzw. Brandis' Ansatz. Slycke hat allerdings eine weitergehende Annahme getroffen:

$$a_{j,i(Slycke)}^{\gamma} = v_i^a \cdot \frac{\chi_i}{1 - 5 (\chi_C + \chi_N)} \quad \text{Glg. 3-9}$$

$$\log v_{N_2}^a = \frac{789}{T} + 3,615 \quad \text{Glg. 3-10}$$

$$\log v_{\varepsilon-N}^a = \frac{-747}{T} + 1,451 \quad \text{Glg. 3-11}$$

Diese Formeln geben die Möglichkeit, die Wechselwirkung zwischen Kohlenstoff und Stickstoff innerhalb des Austenits zu berücksichtigen. Es kann errechnet werden, dass enthaltene Anteile Stickstoff die Aktivität des Kohlenstoffs erhöhen und umgekehrt. Diese Tatsache zeigt sich in den Elementtiefenverläufen der niederdruck-carbonitrierten Randschichten, in denen der Kohlenstoffgehalt zunächst ansteigt, um dann dem üblichen Diffusionsprofil einer nur aufgekohlten Randschicht zu folgen. Der Stickstoff erhöht die Kohlenstoffaktivität in der Art, dass ein Diffusionsprozess ausgelöst wird und sich eine "Bergaufdiffusion" entgegen des Stoffgefälles einstellt [Gav99]. Es muss beachtet werden, dass diese Berechnungen auf Modellvorstellungen beruhen, die aufgrund der unterschiedlichen Ansätze zu unterschiedlichen Ergebnissen führen. Obwohl diese Berechnungen sich auf Gleichgewichte beziehen und somit kinetische Abläufe unberücksichtigt bleiben, ist die Kenntnis der vorliegenden Aktivität ein wichtiger Anhaltspunkt bei der Wärmebehandlung. Denn die Aktivität, die sich für Kohlenstoff einer bestimmten Konzentration und Temperatur im Austenit gegenüber Graphit einstellt, ist nicht nur bei der Austenitisierung interessant, sondern lässt sich ebenfalls für eine

Aktivität des Kohlenstoffs in der Gasphase gegenüber Graphit errechnen [Mit95]. Sie kann eine Grundlage der C-Pegel-Berechnung in den Gleichgewichtsreaktionen einer Gasaufkohlung bilden. Da die Wärmebehandlung innerhalb dieser Arbeit in erster Linie in Niederdruck-Atmosphären ohne C-Pegelregelung erfolgte, ist dies hier nur der Vollständigkeit halber erwähnt. Für weitere Ausführungen wird auf die Veröffentlichung von Mittemeijer und Slycke verwiesen [Mit95].

### 3.1.3 Festigkeitssteigerung mit Hilfe von Kohlenstoff und Stickstoff

Neben allen bekannten Mechanismen der Festigkeitssteigerung in Metallen, Versetzungsverfestigung, Korngrenzenverfestigung, Mischkristallverfestigung und Ausscheidungsverfestigung ist in der Wärmebehandlung von Stahl die martensitische Umwandlung der Mechanismus mit der höchsten Festigkeitssteigerung. Die Möglichkeit, diese Festigkeitssteigerung zu erreichen, resultiert aus der Umwandlung der  $\gamma$ -Phase in die  $\alpha$ -Phase mit einhergehend stark verringerter Löslichkeit für Kohlenstoff oder auch Stickstoff, wobei letzterer derzeit eine noch untergeordnete Rolle in der industriell angewendeten Wärmebehandlung spielt. Was dabei genau im Inneren der Elementarzellen während des Umwandlungsvorgangs abläuft, ist bis heute nicht vollständig aufgeklärt [Mit10]. In der Theorie kommt es während der Abkühlung

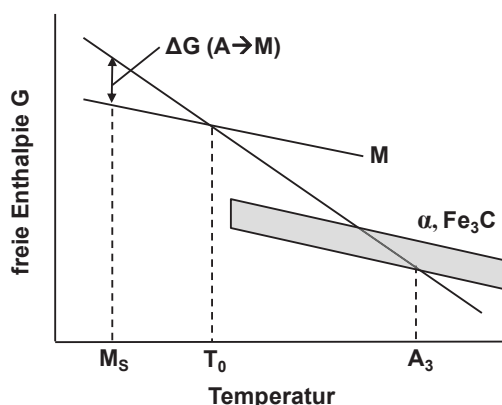


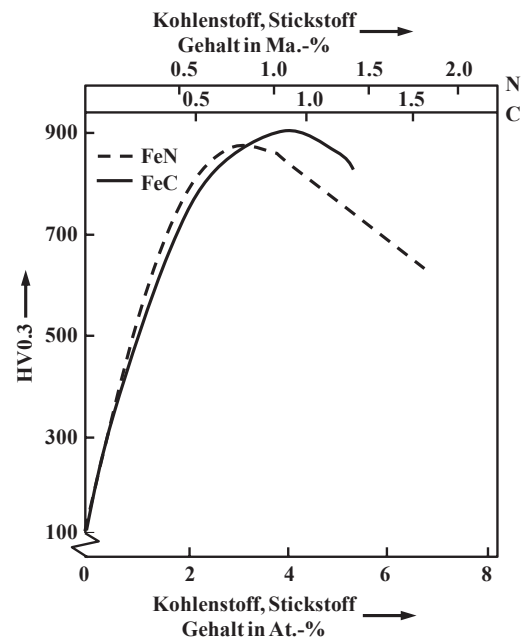
Abbildung 1: Schematische Darstellung des energetischen Prinzips der Martensitbildung [Mac11]

zu einer Art Umklappvorgang der Elementarzellen, welcher eine tetragonale Verzerrung der  $\alpha$ -Modifikation durch zwangsgelöste Interstitutionselemente erzeugt. Resultat ist ein stark verspanntes Gitter, das zu einem Gefüge mit hervorragenden Festigkeitseigenschaften führt. In der Literatur wird diese Phase auch als  $\alpha'$  bezeichnet. Eine Erklärung für diese Art der Umwandlung lässt sich in der Thermodynamik finden. Aus energetischer Sicht gibt es eine Temperatur  $T_0$ , zu der sich bei hoher Abkühlgeschwindigkeit die Gibbsche Energie in Austenit und dem Martensit gleichen (siehe Abbildung 1). Bei weiterer Abkühlung steigt die energetische Differenz zwischen Austenit und Martensit so weit, bis schließlich "ausreichend" Energie für die martensitische Umwandlung verfügbar ist. Sie findet nur statt, wenn die Abkühlgeschwindigkeit so groß ist, dass eine Ausscheidung des Kohlen- oder Stickstoffs aus der  $\gamma$ -Phase durch thermisch aktivierte Diffusion verhindert wird. Das Gitter ist folglich austenitisch und mit Kohlenstoff "übersättigt". Die für die tetragonale Verzerrung notwendige Energie wird aus der Umwandlung selbst aufgebracht [Mit10]. Der Stahl muss von einer hohen Temperatur, bei der sich der Kohlen- oder Stickstoff vollständig in Lösung mit dem Austenit befindet, schnell abgekühlt, mit anderen Worten abgeschreckt werden. Die

Abkühlgeschwindigkeit, bei der zuerst martensitische Anteile im Gefüge entstehen, wird als untere kritische Abkühlgeschwindigkeit bezeichnet. Die vollständige Umwandlung erreicht man mit der oberen kritischen Abkühlgeschwindigkeit.

Der Umwandlungsvorgang beginnt bei Unterschreiten der als Martensitstart ( $M_s$ ) bezeichneten Temperaturschwelle und endet theoretisch bei Unterschreiten der Martensitfinish-Temperatur ( $M_f$ ). Dabei ist der Anteil des umgewandelten Gefüges nach Überschreiten der oberen kritischen Abkühlgeschwindigkeit nur noch von der Temperatur abhängig, bis zu der abgeschreckt wird. Es ist durchaus möglich, dass  $M_f$  sich bei niedrigeren Temperaturen als Raumtemperatur befindet. Das hat zur Folge, dass Gefügeanteile erhalten bleiben, die nicht umgewandelt sind, sofern  $M_f$  nicht unterschritten wurde. Es bleiben Gefügeanteile in Form der  $\gamma$ -Phase zurück, die als Restaustenit (RA) bezeichnet werden (siehe hierzu auch Kapitel 3.3.2.6, Seite 33). In hauptsächlich mit Kohlenstoff legierten Stählen bleiben ab einem Kohlenstoffgehalt von etwa 0,6 Ma.-% erste Anteile von RA erhalten, sofern nur bis RT abgeschreckt wird. Für eine weitere Umwandlung ist es erforderlich, tiefere Temperaturen zu erreichen, z. B. durch Tiefkühlen. In einem Anlassvorgang kann ebenfalls ein Teil des Kohlenstoffs durch Diffusion aus dem Austenit ausgeschieden werden, um so die für die dann innerhalb des Austenits vorliegende Zusammensetzung  $M_f$  auch bei RT zu unterschreiten [Bar02].

Der Einfluss des Massengehalts an Kohlen- oder Stickstoff auf die Härte nach dem Abschrecken ist in Abbildung 2 dargestellt. Es zeigt sich ein recht ähnlicher Einfluss beider Elemente auf die



**Abbildung 2: Härte des Martensitischen Gefüges nach Umwandlung in Abhängigkeit von Kohlen- bzw. Stickstoffgehalt nach [Mit83]**

Härte, die sich in bestimmten Bereichen proportional zu Festigkeit verhält. Makroskopisch ergeben sich demnach vergleichbare mechanische Eigenschaften von Kohlenstoff- und Stickstoffmartensit. Es wurde auf submikroskopischer Ebene allerdings festgestellt, dass Stickstoff in höherem Maße zu einer tetragonalen Verzerrung führt, als es bei Kohlenstoff der Fall ist [Gav99]. Die Ursache liegt den Untersuchungen nach nicht in einem Einfluss auf die martensitische Umwandlung, sondern ergibt sich bereits aus dem Zustand des Austenits. Messungen haben ergeben, dass Stickstoff in Austenit eine Nahordnung anstrebt, während Kohlenstoff die Bildung von Clustern fördert.

Ein auf die maximale Martensithärte gebrachtes Gefüge weist eine sehr hohe Härte und somit auch Zugfestigkeit auf. Allerdings geht diese hohe Zugfestigkeit mit einer gesteigerten

Sprödigkeit einher. So verursachen bereits kleine Ungängen (Kerben, Einschlüsse) Spannungsüberhöhungen, die oberhalb der Bruchspannung liegen. Durch einen Anlassvorgang kann ein zäherer Zustand des Martensits eingestellt werden, wobei die Zugfestigkeit etwas abnimmt. In Eisen-Kohlenstoff-Martensiten  $\alpha'_C$  beginnt dies ab 100 °C mit der Bildung des  $\varepsilon$ -Karbids  $\text{Fe}_{2,4}\text{C}$ , was zu einer Abnahme der tetragonalen Verzerrung führt und sogenannten kubischen Martensit erzeugt. Bei weiterer Steigerung der Temperatur auf über 200 °C bildet sich dann unter weiterer Aufnahme von Kohlenstoff aus dem Martensit in die  $\varepsilon$ -Karbid schließlich Zementit, der verbleibende Martensit "entspannt" weiter. Diese Karbide liegen in einer ausscheidungsverfestigenden Verteilung vor, sodass die Härte nur gering absinkt. Erst wenn bei Temperaturen um 350 °C schließlich eine Koagulation der Zementitausscheidungen einsetzt, nimmt die Härte deutlich ab und der verbleibende Martensit wandelt zu Ferrit um [Bar02].

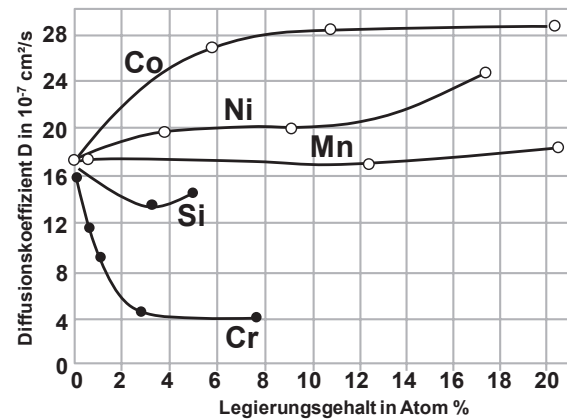
Eisen-Stickstoff-Martensit  $\alpha'_N$  zeigt bereits bei Raumtemperatur einen Umwandlungsvorgang, in dem sich die Phase  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  ( $\alpha''_N$ ) bildet. Es ergibt sich also eine Änderung in  $\alpha'_N$ , die durch die Bildung des Nitrids notwendig wird. Das Gefüge besteht dann aus  $\alpha''_N + \alpha$  [Gav99]. Oberhalb von 220 °C geht das  $\text{Fe}_{16}\text{N}_2$  in  $\text{Fe}_4\text{N}$  ( $\gamma'$ ) über. Diese Umwandlung geht mit einer deutlichen Verringerung der Härte einher und verursacht zudem eine negative Volumenänderung [Che90]. Eine weitere Phase wurde bei längerem Anlassen unterhalb von 220 °C von Tanaka et. al. als  $\text{Fe}_{16}\text{N}_{2-x}$  gefunden [Tan97]. Bei gemischter Zusammensetzung ändert sich das Anlassverhalten des Eisen-Kohlenstoff-Stickstoff-Martensits  $\alpha'_{C+N}$  wiederum gegenüber den "Reinformen"  $\alpha'_C$  und  $\alpha'_N$ . Generell gilt, dass  $\alpha'_{C+N}$  eine höhere Anlassbeständigkeit aufweist und zudem auch zu höheren Restaustenitgehalten führt [Gav99b].

### 3.1.4 Einsatzstähle

Während Kohlen- und Stickstoff interstitiell in Lösung gehen können, sind nahezu alle weiteren Legierungselemente in Stahl Substitutionselemente. Es ist zu beachten, dass neben den Diffusionskoeffizienten in Bezug auf die notwendige Zwangslösung des Kohlen- und des Stickstoffs für eine Martensitbildung auch die Temperaturbereiche eine Rolle spielen, in denen das Wirtsgitter aus Eisenatomen in der hoch-kohlenstofflösenden  $\gamma$ -Modifikation existiert. Andere Elemente wirken auf Eisen in der Art, dass sich Änderungen der Diffusionskoeffizienten aber auch in den Temperaturbereichen ergeben, in denen die Elementarzellenmodifikationen vorliegen. So wird es möglich, auf die Martensitbildung durch weitere Legierung des Stahls Einfluss zu nehmen. Abbildung 3 zeigt einige gängige Legierungselemente für Einsatzstähle und deren Einfluss auf den Diffusionskoeffizienten des Kohlenstoffs.

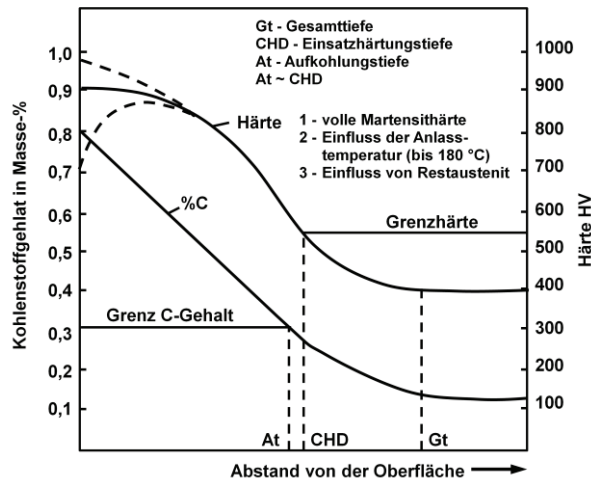
Es gilt, dass das Legierungselement für dessen Wirksamkeit auf die Umwandlung und die Diffusion in Lösung im Austenit vorliegen muss. In Ausscheidungen abgebundene Legierungselemente sind in dieser Hinsicht unwirksam. Der Diffusionskoeffizient in der Ausscheidung selbst weicht zumeist von dem innerhalb des Ferrits oder Austenits ab. Der Einfluss der Legierungselemente stößt zu einem durch die maximale Löslichkeit aber auch durch die Phasenstabilisierung an seine Grenzen [Hip01]. Der Einfluss der Legierungselemente auf das Umwandlungsverhalten kann aus Zeit-

Temperatur-Umwandlungs-Diagrammen entnommen werden. In erster Linie verfolgt man bei Stählen für das Einsatzhärten das Ziel, durch geeignete Legierungselementzugabe die Einhärtbarkeit möglichst zu erhöhen, ohne den Diffusionskoeffizienten für Kohlenstoff zu gering werden zu lassen oder die Festigkeitseigenschaften zu verringern. Als Einhärtbarkeit bezeichnet man einen möglichst hohen Abstand von der Bauteiloberfläche, in dem eine gegebene Grenzhärte noch erreicht wird. Je weiter vom Rand höhere Härtewerte vorliegen, desto höher die Einhärtbarkeit. Eine Stabilisierung des Austenits, wie sie bei hohen Interstitionselementgehalten eintritt, ist ebenfalls durch entsprechend wirksame Substitutionselemente möglich. Bekanntestes Beispiel sind die korrosionsbeständigen Stähle mit hohen Nickelgehalten wie beispielsweise X5CrNi18-10 (V2A), die bei Raumtemperatur austenitisch vorliegen. Die Ermittlung einer Zeit-Temperaturführung bei der Wärmebehandlung, die im angestrebten Anwendungsfall zu den besten Eigenschaften führt, ist eine der Hauptherausforderungen. Zu beachten ist, dass Austenit eine geringere Festigkeit aufweist als Martensit. Es ist also nicht unbedingt wünschenswert, hohe Anteile Austenit in einem gehärteten Gefüge zu erhalten. Ein weiteres Abkühlen oder direktes Abschrecken, z. B. in flüssigem Stickstoff, kann unter Umständen die Martensitfinishtemperatur erreichen. Ursprünglich galt der Grundsatz, dass ein Härtingsgefüge zunächst vollständig martensitisch sein sollte. Inzwischen gilt Restaustenit in bestimmten Anwendungsfällen jedoch als äußerst hilfreich. Durch die hohe plastische Verformbarkeit des Austenits im Vergleich zu Martensit können Riss-Spitzen entschärft und deren Kerbwirkung herabgesetzt werden, sodass sich der Riss selbst nicht weiter ausbreiten kann [Hor78]. Der Restaustenitgehalt, die Stabilität des Restaustenits gegen Temperatur und Spannungseinflüsse sowie die tatsächliche Festigkeit des entstehenden Gefüges sind Gegenstand der aktuellen Forschung und können nicht als vollständig aufgeklärt bezeichnet werden.



**Abbildung 3:** Einfluss von Legierungselementen auf den Diffusionskoeffizienten des Kohlenstoffs in Stahl mit 0,4 Ma.-% C [Eck76]

Der momentane Entwicklungsstand weist eine breite Palette unterschiedlich legierter Einsatzstähle auf. Neben den Eigenschaften für die Bearbeitung und die später im Einsatz entscheidenden Festigkeits- und auch Korrosionseigenschaften spielen in der Auswahl für einen Anwendungszweck häufig Erfahrungswerte eine wichtige Rolle. Hinzu kommen wirtschaftliche Aspekte, die von Entwicklungen in der Wärmebehandlung und Fertigung sowie von den



**Abbildung 4: Zusammenhang zwischen Kohlenstoffprofil und Härteverlauf nach [Mac11]**

Marktpreisen der Legierungselemente abhängig sind. Chrom wird in erster Linie zur Steigerung der Einhärtbarkeit zulegiert [Hip05b]. Es senkt den Diffusionskoeffizienten des Kohlenstoffs stark ab und so auch die untere bzw. obere kritische Abkühlgeschwindigkeit (siehe auch Abbildung 3, S. 11). Durch die hohe Neigung zur Carbidbildung können bei höheren Chromgehalten keine hohen Randkohlenstoffgehalte eingestellt werden, ohne Carbide auszuscheiden.

Die Zähigkeit nimmt mit steigendem Chromgehalt ab [Hip05]. Ein zusätzliches Zulegieren von Nickel steigert die Einhärtbarkeit weiter und kompensiert den Zähigkeitsabfall durch das Chrom. Nickel ist ein austenitstabilisierendes Element und führt bei höheren Gehalten und zusätzlich eingebrachtem Kohlenstoff zu hohen Restaustenitanteilen im Gefüge [Tho89]. Mangan wirkt auf die Umwandlung ähnlich wie Chrom, wird in Einsatzstählen aber üblicherweise zur Abbindung von Schwefel zu Mangansulfiden zugegeben. Die durch sonst entstehende Eisensulfide ausgelöste Rotbrüchigkeit wird so vermieden [Bar02]. Zusätzlich entstehen mit den leicht verformbaren Mangansulfiden die bei der spanenden Fertigung gewünschten kurzen Späne. Molybdän steigert die Einhärtbarkeit sehr stark bei Gehalten unterhalb von 0,1 Ma.-%. Darüber ist die Wirkung etwas geringer [Hip05b]. Es hat unter den typischen Legierungselementen die höchste Auswirkung auf eine verbesserte Zähigkeit [Bac89].

Ein hohes ökonomisches Potential wird derzeit auf Seiten der Wärmebehandlung in verkürzten Prozessdauern gesehen. Ein einfacher Ansatz ist die Steigerung der Behandlungstemperatur und die durch den so erhöhten Diffusionskoeffizienten des Kohlenstoffs schneller erreichten, geforderten Aufkohlungstiefen. Allerdings setzt bei konventionell zusammengesetzten Einsatzstählen, durchaus auch bei 940 °C, schon Kornwachstum ein. Ein gröberes Gefüge weist gemeinhin aber geringere Festigkeiten auf als ein feineres (siehe auch 3.3.2.4). Die angestrebten höheren Temperaturen lassen sich allerdings mit speziell auf diesen Fertigungsprozess metallurgisch abgestimmten Schmelzen erreichen [Hip05]. Hierfür ist eine kontrollierte Zugabe von Stickstoff, Aluminium, Titan und Niob erforderlich. In dieser Arbeit



wurde 18CrNiMo7-6 mit einer an diesen Ergebnissen orientierten Zusammensetzung und Halbzeugfertigung verwendet.

## 3.2 Einsatzhärteverfahren mit Gasatmosphären

### 3.2.1 Gasaufkohlen und Gascarbonitrieren

Das Gasaufkohlen findet in heutigen Anlagen in unterschiedlich zusammengesetzten Atmosphären statt. Die Verfahren werden zumeist leicht über Umgebungsdruck durchgeführt, um das Eindringen von Umgebungsluft in die Ofenatmosphäre zu verhindern. Dabei lassen sich Verfahren unterteilen, bei denen einerseits Prozessgase kontrolliert außerhalb des Ofens in ihrer Zusammensetzung eingestellt werden und andererseits die Gase oder verdampfende Flüssigkeiten innerhalb des Ofens Reaktionen bis hin zur schließlichen Vorstufe zu den kohlenstoffspendenden Verbindungen durchlaufen. Außerhalb der Öfen werden Gemische aus Luft und Propan, Methan oder Erdgas unterhalb der Sauerstoffstöchiometrie (unvollständige Verbrennung) in sogenannten Gasgeneratoren zu Endogas umgewandelt. Andere Verfahren erzeugen die Gaszusammensetzung direkt in den Ofenretorten. Neben den hervorragenden Eigenschaften einer einsatzgehärteten Randschicht ist der technische Durchbruch dieses Verfahrens vor allem wegen der Entdeckung der Gleichgewichtsreaktionen zwischen den Bauteiloberflächen und den verwendeten Gasen eingetreten [[Sct52](#)].

Boudouard Gleichgewicht:



$$\log K_1 = \lg \left( \frac{p_{CO}^2}{p_{CO_2} \cdot a_C^{\gamma}} \right) = -\frac{8817}{T} + 9,071 \quad \text{Glg. 3-12}$$

Wassergasgleichgewicht:



$$\log K_2 = \lg \left( \frac{p_{H_2} \cdot p_{CO}}{p_{H_2O} \cdot a_C^{\gamma}} \right) = -\frac{7100}{T} + 7,496 \quad \text{Glg. 3-13}$$



$$\log K_3 = \lg \left( \frac{p_{CO}}{\sqrt{p_{O_2}} \cdot a_C^{\gamma}} \right) = \frac{5927}{T} + 4,545 \quad \text{Glg. 3-14}$$

Methangasgleichgewicht:



$$\log K_4 = \lg \left( \frac{p_{CH_4}}{p_{H_2}^2 \cdot a_C^V} \right) = \frac{4791}{T} - 5,789 \quad \text{Glg. 3-15}$$

Die angegebenen Reaktionen und Gleichungen erlauben die Ableitung der Aufkohlungswirkung einer beliebig zusammengesetzten Gasatmosphäre und somit durch die Regelung einer Zusammensetzung auch eine Regelung der Aufkohlungswirkung. Anhand des so genannten C-Pegels (%C) lässt sich eine Angabe darüber machen, welchen Kohlenstoffgehalt ein Einsatzstahl in der entsprechenden Atmosphäre annimmt. Es gilt [\[AWT97\]](#):

$$\text{Für (I)} \quad \%C = \frac{1}{K_1} \cdot \frac{p_{CO}^2}{p_{CO_2}} \quad \text{Glg. 3-16}$$

$$\text{Für (II)} \quad \%C = \frac{1}{K_2} \cdot \frac{p_{CO}^2 \cdot p_{H_2}}{p_{CO_2}} \quad \text{Glg. 3-17}$$

$$\text{Für (III)} \quad \%C = \frac{1}{K_3} \cdot \frac{p_{CO}}{\sqrt{p_{O_2}}} \quad \text{Glg. 3-18}$$

$$\text{Für (IV)} \quad \%C = \frac{1}{K_4} \cdot \frac{p_{CH_4}}{p_{H_2}^2} \quad \text{Glg. 3-19}$$

Die Kinetik der ablaufenden chemischen Reaktionen innerhalb der Ofenatmosphäre bleibt bei diesen Gesetzen unberücksichtigt. Folgende Punkte bestimmen die Reaktionsgeschwindigkeit, wobei der ablaufende Stofftransport bei der Aufkohlung eines Einsatzstahls prinzipiell in fünf Teilstufen aufgegliedert wird [\[Eck74\]](#):

- |             |   |
|-------------|---|
| Teilstufe 1 | Reaktionen im Reaktionsmedium: Bildung der Transportkomponente für den Kohlenstoff  |
| Teilstufe 2 | Diffusion im Reaktionsmedium: Antransport der Transportkomponente (somit des Kohlenstoffs) an die Oberfläche des Werkstoffs, Abtransport der Reaktionsprodukte der Phasengrenzflächenreaktion |
| Teilstufe 3 | Phasengrenzflächenreaktion (Erzeugung diffusionsfähigen Kohlenstoffs)   |
| Teilstufe 4 | Diffusion im Metall   |
| Teilstufe 5 | Reaktionen im Metall (z. B. Carbidausscheidung)   |

Die Teilstufen 1 – 3 sind bisher nur durch den C-Pegel beschrieben, es ist allerdings nachvollziehbar, dass der Prozess zur Einstellung eines Gleichgewichts eine gewisse Zeit benötigt. Zu Prozessbeginn - geringer Kohlenstoffgehalt in der Bauteilrandschicht - ist der Übergang des Kohlenstoffs aus der Atmosphäre in die Bauteilrandschicht höher. Mit steigender Kohlungsdauer und steigendem Randkohlenstoffgehalt verringert sich der Kohlenstoffüber-



gang. Diesen Umstand beschreibt die folgende Formel in Abhängigkeit der sogenannten Kohlenstoffübergangszahl  $\beta$  [Hof95]:

$$\dot{m} = \beta \cdot (C_P - C_R) \quad \text{Glg. 3-20}$$

Hierin stellen  $C_P$  und  $C_R$  die thermodynamischen Potentiale in Werkstück und Atmosphäre und somit die Triebkraft für die stattfindende Kohlenstoffaufnahme dar. Experimentell lässt sich  $\beta$  über zu verschiedenen Zeitpunkten vor Erreichen eines Gleichgewichts entnommenen Reineisenfolien ermitteln. Mit Hilfe der hieran festgestellten Kohlenstoffgehalte  $C_{t_i}$  zum Zeitpunkt 1 bzw. 2, wobei  $t_2 > t_1$ , gilt:

$$\beta = \frac{M_C}{\Delta t \cdot 7,85 \cdot \left( C_g - \frac{C_{t_1} + C_{t_2}}{2} \right) \cdot 100} \quad \text{Glg. 3-21}$$

Hierin stellt  $M_C$  die aufgenommene Menge Kohlenstoff der Folie und  $C_g$  die Kohlenstoffmenge nach Erreichen des Gleichgewichts dar. Nach dem Übergang des Kohlenstoffs in das Werkstück wird durch das Aktivitätsgefälle ein Diffusionsvorgang ausgelöst, der nach den Fickschen Gesetzen folgender Gleichung unterliegt:

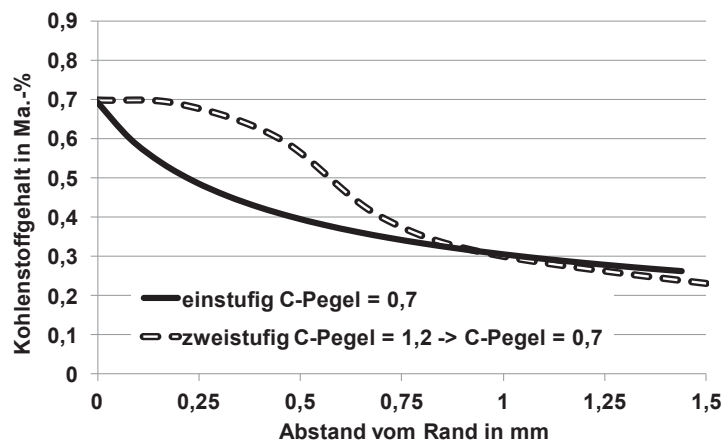
$$\frac{\partial c}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial x} \left( D \frac{\partial c}{\partial x} \right) \quad \text{Glg. 3-22}$$

Wobei nach Gleichung 3-12 für den Diffusionskoeffizienten von Kohlenstoff in Austenit  $D_C^\gamma$  näherungsweise angegeben werden kann [Neu68]:

$$D_C^\gamma = 0,68 \cdot e^{\left( -\frac{18900}{9+273} + \left( \frac{4300}{9+273} - 2,63 \right) C_c^{1,5} \right)} \quad \text{Glg. 3-23}$$

Die vorgenannten Bedingungen ergeben bei einer über den Aufkohlungsprozess gleich zusammengesetzten Atmosphäre ein typisches Kohlenstoffprofil, welches vom jeweiligen C-Pegel (somit auch der Legierung des Stahls, siehe 3.1.2),  $\beta$  und dem Diffusionskoeffizienten abhängt. Bei einer solchen Verfahrensführung entstehen verschiedene Nachteile. Zunächst ist die Geschwindigkeit des Diffusionsprozesses von dem am Rand liegenden Kohlenstoffgehalt bestimmt (reine Aufkohlung, Wechselwirkungen zwischen den Aktivitäten unberücksichtigt). Da dieser in diesem Fall nie über den C-Pegel steigt, der den Randkohlenstoffge-

halt des Endprodukts festlegt, wäre der maximale Diffusionskoeffizient für einen solchen Prozess durch den höchsten Gradienten des Kohlenstoffgehalts innerhalb der Randschicht festgelegt. Dieser kann nicht höher werden als der Gradient, der sich durch die Differenz



**Abbildung 5: Kohlenstoffprofil nach Aufkohlung mit einstufigen und zweistufigem C-Pegel (schematisch)**

zwischen (durch den C-Pegel festgelegten) maximalen Randgehalt  $C_r$  und dem Grundkohlenstoffgehalt  $C_k$  ergibt. Aus wirtschaftlicher Sicht ist eine Verkürzung der Dauer des Aufkohlungsprozesses offensichtlich sinnvoll. Dies lässt sich durch die Erhöhung des C-Pegels zu Prozessbeginn erreichen, wobei der Randkohlenstoffgehalt zunächst über den eigentlich angestrebten Endwert angehoben wird, wodurch der Diffusionskoeffizient ansteigt und so eine höhere Menge Kohlenstoff in das Bauteil eingebracht werden kann. Das vorerst „überhöhte“ Kohlenstoffprofil wird dann im Laufe des Prozesses durch Absenken des C-Pegels auf den angestrebten Endwert gebracht. Mit dieser Verfahrensführung geht üblicherweise die Bildung eines Plateaus nahezu gleicher Kohlenstoffgehalte vom Rand aus einher (siehe Abbildung 5). Dieses ist nach erfolgtem Härten auch mechanisch von Vorteil, weil höhere Härtewerte und somit Festigkeiten in größeren Abständen zur Oberfläche eingestellt werden. Eine grobe Übersicht der in der Industrie gängigen Verfahren ist in Tabelle 3-1 angegeben. Ein kaum vermeidbarer Nebeneffekt der Gasaufkohlungsprozesse (mit über die bekannten Gleichgewichte regelbaren und somit sauerstoffhaltigen Atmosphären) ist das Auftreten von Randoxidation (siehe auch Kapitel 3.4). Hierbei werden Legierungsbestandteile mit einer höheren Sauerstoffaffinität in der Randschicht in Oxiden ausgeschieden. Da das Oxid bei seiner Bildung und weiterem Wachstum Legierungselemente aus der Umgebung aufnimmt, sinkt das Potential der Legierungselemente im umgebenden Austenit. Bei Aufkohlungstemperatur kommt es zu einem Diffusionsvorgang von weiteren Legierungselementatomen in die Oxidationsschicht, die dieses Potentialgefälle ausgleichen. Neben den nun in Oxiden abgebundenen Bestandteilen und der durch den Diffusionsvorgang verringerten Härtebarkeit der Randschicht wird die kritische untere Abschreckgeschwindigkeit in diesen Bereichen nicht mehr erreicht. Es bildet sich ein häufig als Troostitsaum bezeichnetes Randgefüge aus. Wegen des im Vergleich zum Kohlenstoff geringen Diffusionskoeffizienten des Sauerstoffs und auch anderer sauerstoffaffiner Legierungselemente ist eine Randoxidation bis in Tiefen von ca. 1/100 der Aufkohlungstiefe zu erwarten [Cha76]. Innerhalb dieser Tiefen besteht ein Bereich stark

Tabelle 3-1: Übersicht der industriell gebräuchlichen Verfahren zur Gasaukoklung (nach [Neu94])

| Verfahrenstyp  | Erzeugung der Atmosphäre   | Benutzte Ausgangsstoffe                              |  | Handelsbezeichnung                              | Zusammensetzung der Atmosphäre  | C-Pegelregelung über                                       |
|--|--|--|--|---|---|--|
|  |  | Komponenten des Trägergases                          | Kohlenstoffspender                                       |   |   |  |
| Trägergas-Verfahren:<br>Atmosphäre setzt sich aus Trägergas und Zusatzgas zusammen | Trägergas wird außerhalb des Ofens in einem Gasgenerator oder in einer Spaltretorte innterhalb des Ofens erzeugt | Propan und Luft                                      | Propan   | -   | ≈ 23,7 Vol.-% CO<br>≈ 31,5 Vol.-% H <sub>2</sub><br>≈ 45,8 Vol.-% N <sub>2</sub><br>Spuren H <sub>2</sub> O, CO <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub>  | Taupunkt, CO <sub>2</sub> -Gehalt<br>O <sub>2</sub> -Sonde |
|  |  | Methan oder Erdgas und Luft                          | Methan oder Erdgas oder Propan                           |   | ≈ 20 Vol.-% CO<br>≈ 40 Vol.-% H <sub>2</sub><br>≈ 40 Vol.-% N <sub>2</sub><br>Spuren H <sub>2</sub> O, CO <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub>  |  |
|  | Trägergas entsteht aus Methanol und Stickstoff   | Methanol und Stickstoff 60:40                        |  | Alnat<br>Carbothan, Endomix, UcarHTS, Variocarb | Je nach Mischung:<br>10 bis 27 Vol.-% CO<br>20 bis 57 Vol.-% H <sub>2</sub><br>70 bis 19 Vol.-% N <sub>2</sub><br>Spuren H <sub>2</sub> O, CO <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub>                                      |  |
|  |  | Methanol und Stickstoff                              |  |   |   |  |
|  |  |  | Aceton oder Isopropanol oder Ethanol evt. N <sub>2</sub> | Carbomaag II                                    | Je nach Zusatz:<br>20 bis 33 Vol.-% CO<br>40 bis 66 Vol.-% H <sub>2</sub><br>Spuren H <sub>2</sub> O, CO <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub><br>Rest N <sub>2</sub>  |  |
|  |  | Methanol   | Aceton oder Isopropanol oder Ethylacetat                 | Carbomaag I                                     | Je nach Zusatz:<br>27 bis 35 Vol.-% CO<br>66 bis 58 Vol.-% H <sub>2</sub><br>Spuren H <sub>2</sub> O, CO <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub>   |  |
| Direkt-begasungsverfahren  | Gase werden dem Ofen direkt zugeführt  | Luft und Methan oder Erdgas und Propan               |  | Supercarb                                       | 12 bis 18 Vol.-% CO<br>4 bis 25 Vol.-% CH <sub>4</sub><br>15 bis 40 Vol.-% H <sub>2</sub><br>30 bis 40 Vol.-% N <sub>2</sub><br>Spuren H <sub>2</sub> O, CO <sub>2</sub> , CH <sub>4</sub><br>Rest N <sub>2</sub> | O <sub>2</sub> -Spezialsonde                               |
|  |  | Stickstoff und Propan oder andere Kohlenwasserstoffe |  | Ecocarb   | ≤ 20 Vol.-% CH <sub>4</sub><br>Stickstoff, Wasserstoff  | Keine C-Pegelregelung möglich                              |
|  |  | Isopropanol oder andere Sauerstoffderivate und Luft  |  |   | 20 bis 35 Vol.-% CO<br>40 bis 70 Vol.-% H <sub>2</sub><br>41bis 20 Vol.-% CH <sub>4</sub><br>Spuren H <sub>2</sub> O, CO <sub>2</sub> ,<br>Rest N <sub>2</sub>  | O <sub>2</sub> -Sonde                                      |

verminderter Festigkeit. Hinzu kommen eine durch die harten und spröden Oxide erzeugte Kerbwirkung und somit lokale Spannungsüberhöhungen. Die Literatur zeigt in verschiedenen Veröffentlichungen eine deutliche Festigkeitsminderung durch Randoxidation im Vergleich zu elektropolierten Proben, an denen die Oxidationsschicht entfernt wurde [Lae06]. Die Rand-

oxidation lässt sich im Querschliff nach AWT-Richtlinie bestimmen. Eine weitere Methode zur Bestimmung besteht in der optischen Emissionsspektroskopie, die eine quantitative Analyse des aufgenommenen Sauerstoffs ermöglicht. In der Fertigung stellt die Randoxidation nicht immer ein Problem dar, welches die spätere Bauteilqualität einschränkt [Hom02]. Dies liegt vor allem darin begründet, dass Form- und Maßänderungen durch abschließende Schleifprozesse korrigiert und die randoxydierte Schicht abgetragen wird [Cha76]. Allerdings tritt dieser Fall nicht bei allen Anwendungen ein und besonders Zahnräder bieten hier eine Ausnahme im Bereich des Zahnfußes. Technisch ist ein Schleifprozess der Zahnfußränder durchaus realisierbar. Hierbei ginge man aber das Risiko ein, den üblicherweise für die später im Einsatz erfahrene Beanspruchung günstigen Eigenspannungszustand negativ zu beeinflussen (siehe auch 3.3.1). Statt eines Schleifprozesses werden an hochfesten Zahnradvarianten noch vor dem Schleifen der Zahnflanken Strahlbehandlungen (Reinigungsstrahlen, gezieltes Festigkeitsstrahlen) vorgenommen. Sie tragen die Randoxidation nicht ab, stellen aber einen sehr günstigen Eigenspannungszustand ein. Für die höchsten Festigkeitsanforderungen ist nach Qualität ME bei Randoxidationstiefen über 0,02 mm ein Festigkeitsstrahlen in DIN 3990-3 vorgeschrieben [DIN39].

Eine Erweiterung des Gasaufkohlens ist das sogenannte Gascarbonitrieren. Hierunter wird ein gleichzeitiges Einbringen von Kohlenstoff und Stickstoff in die Randschicht des Bauteils auf Temperaturniveaus des Einsatzhärtens verstanden. Einer der Hauptgründe für ein Carbonitrieren ist die durch den Stickstoff gesteigerte Härtebarkeit der Randschicht [Mei82]. In Gasatmosphären ist der Einsatz von Ammoniak ( $\text{NH}_3$ ) als Stickstoffspender Stand der Technik. Die Nitrierwirkung der Atmosphäre lässt sich über das Partialdruckverhältnis von  $\text{NH}_3/\text{H}_2$  regeln [Win06]. Dies geschieht unabhängig von der Aufkohlungsregelung. Ebenfalls ist die Zugabe fester Massenflüsse Ammoniaks zur Aufkohlungsatmosphäre möglich, die in eingefahrenen Prozessen zu reproduzierbaren Ergebnissen führen [Cha69]. Der Stickstoff kompensiert zum Teil die durch die Randoxidation verminderte Härtebarkeit der Randschicht. Da sich der Stickstoff ebenfalls interstitiell im Eisengitter löst, bildet er vergleichbar zu Kohlenstoff eine tetragonal verzerrte  $\alpha$ -Modifikation des zunächst angereicherten  $\gamma$  Mischkristalls bei Überschreiten einer kritischen Abschreckgeschwindigkeit [Gav99]. Kohlenstoff und Stickstoff beeinflussen sich gegenseitig in ihrer Auswirkung auf andere Legierungselemente. Durch die zusätzliche Zugabe von Stickstoff entsteht eine Erhöhung der Aktivität des Kohlenstoffs und umgekehrt (siehe auch 3.1.2). Der bei einer Härtung entstehende Martensit ist bei carbonitrierten Stählen eine Mischung aus Kohlenstoff- und Stickstoffmartensit. Bei erhöhtem Anteil an Interstitutionselementen verbleibt auch in diesem Gefüge ein von der jeweiligen Zusammensetzung abhängiger Anteil an Restaustenit. Dieser hat, anders als nur durch Kohlenstoff stabilisierter Austenit, andere Eigenschaften [Raz85]. Bisher ist bekannt, dass sich eine höhere Anlassbeständigkeit einstellt und auch die mechanische Stabilität größer ist [Mei82].

Die Eigenschaften einer carbonitrierten Randschicht sind Gegenstand aktueller Forschung und daher besteht noch kein Konsens über eine optimale Zusammensetzung [Lom15]. Eine weitere Auswirkung des Stickstoffs ist die Förderung der Nahordnung verschiedener Legierungselemente [Gav99]. In verschiedenen Untersuchungen zur Schwingfestigkeit carbonitrierter Randschichten wurden Lebensdauersteigerungen festgestellt [Lom11]. Innerhalb der industriellen Anwendung hat sich das Carbonitrieren in bestimmten Anwendungen gegenüber dem Gasaufkohlen durchgesetzt. Es hat sich vorwiegend bei Blechstanzteilen aus un- oder niedriglegierten Baustählen, Zahnrädern und pulvermetallurgischem Sinterstahl bewährt [Alt03].

### 3.2.2 Niederdruck-Aufkohlen mit Hochdruckgasabschrecken

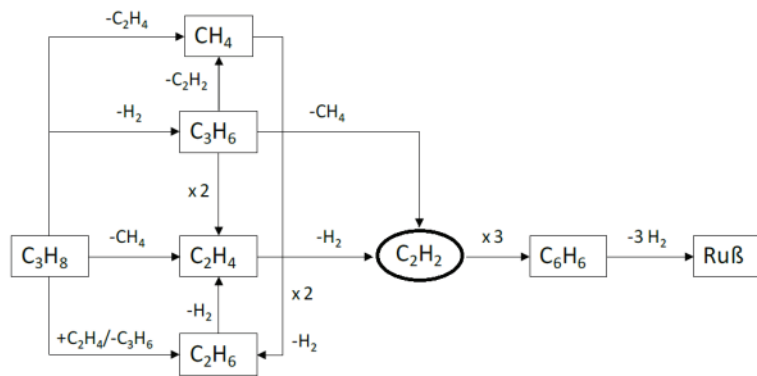
Begrifflich ist die Differenzierung zwischen Gasaufkohlen und Niederdruck-Aufkohlen nicht konsistent, da beide Verfahren in Gasatmosphären durchgeführt werden. Die Bildung beider Begriffe ist historisch bedingt, wobei das Gasaufkohlen zunächst für die früher entwickelten, nahe Atmosphärendruck ablaufenden Prozesse verwendet wurde. Der Begriff Niederdruck-Aufkohlen wurde augenscheinlich zur Abgrenzung des Verfahrens von dem bisher gängigen Gasaufkohlen eingeführt und wird in dieser Form in der Literatur verwendet.

Das Niederdruck-Aufkohlen entsprang der Suche nach sparsameren Verfahrensmöglichkeiten mit geringerem Verbrauch an Kohlenwasserstoffen, die sich im Zuge der Ölkrise 1973 stark verteuerten. Zu Beginn kamen Gase zum Einsatz, die langkettige Kohlenwasserstoffe enthielten. Der Prozessdruckbereich lag bei mehreren hundert Millibar [Lui63]. Das daraus resultierende Überangebot an Kohlenstoff hatte zur Folge, dass sich nach einer gewissen Aufkohlungsdauer Rußpartikel in der Atmosphäre ausschieden, was zu einer Verschmutzung der Ofenanlagen führte. Aus diesem Grund kamen einfache Rußsensoren (z.B. Lichtschranken) zum Einsatz, die den Kohlengaszustrom unterbrachen, sobald es zur Rußabscheidung kam [Lim80, Eys73]. Der entscheidende Schritt zu einem zuverlässigen, rußarmen Prozess wurde schließlich in den 90er Jahren durch die Reduzierung des Prozessdrucks auf unter 30 mbar und den Einsatz von Acetylen als Kohlengas erreicht [Grä01]. Der Vorteil eines Niederdruck-Aufkohlens gegenüber den Atmosphärenprozessen ist das nahezu vollständige Ausbleiben von Randoxidation. Wird ein Niederdruck-Aufkohlen in Kombination mit einem Hochdruck-Gasabschrecken eingesetzt, ist die Herstellung metallisch blanker Oberflächen möglich, die keine Reinigung vor weiteren Produktionsschritten erfordern.

Wegen der fehlenden Sauerstoffanteile in der Niederdruckatmosphäre stellen sich im Gegensatz zu den aus der Gasaufkohlung bekannten Gleichgewichtsreaktionen keine direkt regelbaren Prozessgrößen ein, die einen Randkohlenstoffgehalt festlegen. Gräfen *et. al.* veröffentlichten eine Methode, die einen vielversprechenden Ansatz bietet, eine Prozessregelung in der Niederdruckatmosphäre zu erreichen [Grä13]. Es handelt sich um einen Sensor,

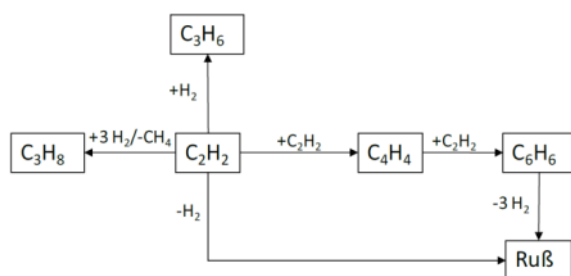
der mit Hilfe eines coulometrischen Systems Messungen am Ofenabgas vornimmt und die Menge des im Ofenraum verbleibenden Kohlenstoffs ermittelbar macht. Der Sensor befindet sich in der Erprobungsphase, Reproduzierbarkeit und Gleichmäßigkeit sind noch nicht hinreichend untersucht.

Umfangreiche Untersuchungen von Steinbacher zur Kinetik des Niederdruck-Aufkohlens identifizierten grundlegende Einflussgrößen auf das Aufkohlungsergebnis [Stb12]. Versuche



**Abbildung 6: Zerfallsprodukte der homogenen Propanpyrolyse** [Gra03]

in einer Thermowaage zeigten Unterschiede in der Massenzunahme von Proben, die entweder mit Propan oder mit Acetylen aufgekohlt wurden. Die Ursache wurde in der homogenen Pyrolyse beider Gase gesehen, die im Falle des Propan nach Abbildung 6 abläuft. Ein großer Teil der Pyrolyseprodukte besteht aus nicht aufkohlungswirksamen Komponenten. Allgemein wird Acetylen als die Kohlenstoff liefernde Komponente der Reaktionskette betrachtet, woraus sich eine Effizienz von ca. 20 % in Bezug des aus dem Propan eigentlich verfügbaren, in das Bauteil übergehenden Kohlenstoffs ableiten lässt. Die Pyrolyse des Acetylens ist in Abbildung 7 dargestellt. Folge der im Vergleich zu Acetylen komplexen Pyrolyse des Pro-

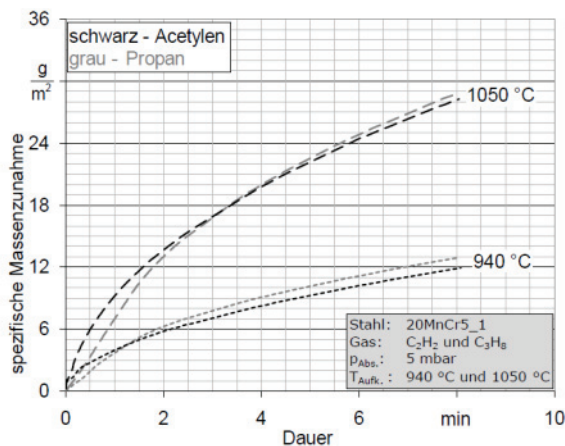


**Abbildung 7: Zerfallsprodukte der homogenen Acetylenpyrolyse** [Buc07]

pans in der Niederdruckatmosphäre ist nach Steinbacher eine in der Anfangsphase verzögerte Kohlenstoffaufnahme, die bei direkter Acetylenversorgung nicht beobachtet werden konnte [Stb12]. Weiterhin unterscheiden sich die Messergebnisse darin, dass Propan nach dieser anfänglichen Verzögerung eine lineare Massenzunahmerate, Acetylen bei sonst

gleichen Zugabeparametern zu Beginn eine höhere, degressive Massenzunahmerate während der Aufkohlung zeigt (siehe Abbildung 8). Die zunächst sehr hohe Kohlenstoffaufnahme der Proben unter Acetylenzugabe führt bei langer Aufkohlungsdauer zu geringeren Gesamtkohlenstoffaufnahmen im Vergleich zu langen Versuchen mit Propan. Es tritt, nach Steinbacher, eine Passivierung durch die Bildung einer Monolage Kohlenstoff auf, die eine weitere Adsorption von Acetylen aus der Atmosphäre unterbindet bzw. verlangsamt.



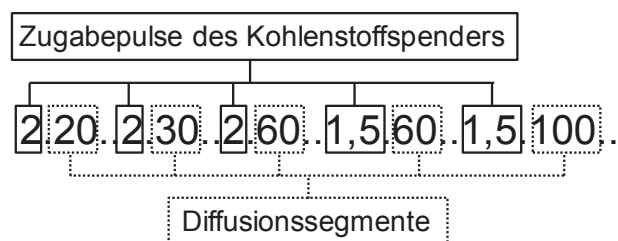


**Abbildung 8: Gegenüberstellung der Massenzunahme bei Aufkohlung mit  $C_2H_2$  oder  $C_3H_8$  in Niederdruckatmosphären [Stb12]**

lungsreaktion ein. Die in Abbildung 8 dargestellten Massenzunahmen zeigen, dass auch bei höheren Prozesstemperaturen eine zu Beginn höhere Aufkohlungswirkung von Acetylen gegenüber Propan auftritt. Es ist davon auszugehen, dass die Aufkohlung in Acetylenatmosphären schließlich auf der Werkstoffseite über den Abtransport des aufgenommenen Kohlenstoffs durch Diffusion ins Bauteilinnere oder eine Carbidbildung begrenzt wird [Stb12]. Hieraus leitet sich der derzeitige Stand der Prozesssteuerung des Niederdruck-Aufkohlens ab. Der Prozess wird in kurze Aufkohlungspulse und längere Diffusionssegmente aufgeteilt. Während eines Aufkohlungspulses besteht quasi ein Überangebot an Kohlenstoff, wodurch sich in der gesamten Charge bei ausreichender Begasungsrate eine gleichmäßige Aufkohlung einstellt. Dies ist ebenfalls der Grund, warum sich Acetylen gegenüber Propan als Kohlenstoffspender durchgesetzt hat. Die in heutigen Anlagen durchgeführten Prozesse arbeiten mit Aufkohlungspulsen im geringen Minutenbereich, innerhalb derer die Kohlenstoffverfügbarkeit des Acetylens jener des Propan überwiegt. Nach Einbringen einer gewissen Menge Kohlenstoff wird der Kohlungsgasstrom unterbrochen und das Diffusionssegment beginnt (siehe Abbildung 9). Die erforderlichen Segmentdauern können inzwischen gut durch Simulationsprogramme bestimmt werden und bedürfen in der Praxis nur selten nachträglicher Veränderungen an den Prozessrezepten. Resultat ist ein Kohlenstoffprofil, das solchen ähnelt, die mit Gasaufkohlungsprozessen hergestellt wurden.

Ein weiterer Vorteil des Niederdruck-Aufkohlens ist die gute Aufkohlungswirkung bei komplexer Bauteilgeometrie. Es können Bohrungen mit einem Längen zu Durchmesser Verhältnis von bis zu 1/30 mit durchgehender Oberflächenhärte von über 750 HV1 hergestellt werden

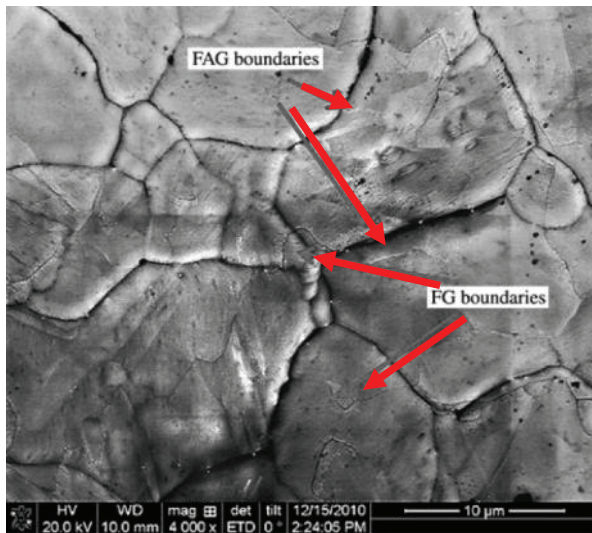
Eine Variation des Prozessdrucks im Bereich von 3 bis 15 mbar zeigt, dass bereits bei geringen Drücken eine gute Aufkohlungswirkung erzielt werden kann und eine Steigerung des Drucks von 5 auf 15 mbar zu nur geringfügig erhöhter Kohlenstoffaufnahme führt. Die Prozesstemperatur wirkt sich im Bereich von 840 °C bis 1050 °C bei Prozessen mit Acetylen nicht maßgeblich aus. Aufgrund der sich mit der Temperatur verändernden Pyrolyse des Propan stellt sich dort hingegen eine beschleunigte Aufkoh-



**Abbildung 9: Aufbau eines "Rezeptes" für ein Niederdruck-Aufkohlen (Beispiel) [Fra17]**

[Grä99]. Die gute Gleichmäßigkeit gilt auch für dicht gepackte Chargen und Zahnräder kleiner Module.

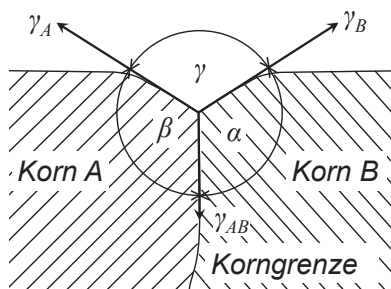
Die direkte Randschicht bleibt trotz der sauerstofffreien Atmosphäre allerdings nicht unbeeinflusst [Cla03]. Nachdem sich die eigentlich von randoxidationsfreien Bauteilen erwarteten



**Abbildung 10: Thermisches Ätzen an einem 06GFB (C = 0,06, Mn = 1,75, Si = 0,22), FG/Ferrit Grain, FAG/Former Austenite Grain [Sos13]**

höheren Festigkeiten nicht einstellen, konnten zwei grundlegende Effekte identifiziert werden, die als hauptsächlich verantwortlich für die ausbleibende Festigkeitssteigerung gesehen werden [Kle02]. In Aufnahmen der Oberfläche von im Niederdruck aufgekohlten Proben ist ein Angriff der Korngrenzen erkennbar, der unter der Bezeichnung „thermisches Ätzen“ in der Literatur behandelt wird [Cla08, Sca03, Sos13]. Hierbei kommt es zu einer Einformung der Körner an der direkten Oberfläche. Nach Schatt ist die hierfür treibende Kraft eine angestrebte Minimierung der Oberflächenenergie [Sca03]. Ab Tem-

peraturen von etwa der halben Schmelztemperatur in Kelvin löst ein Diffusionsvorgang die Korngrenzenmigration aus. Der Vorgang schließt ab, wenn die Gleichgewichtsbedingung nach Glg. 4-24 erfüllt ist.



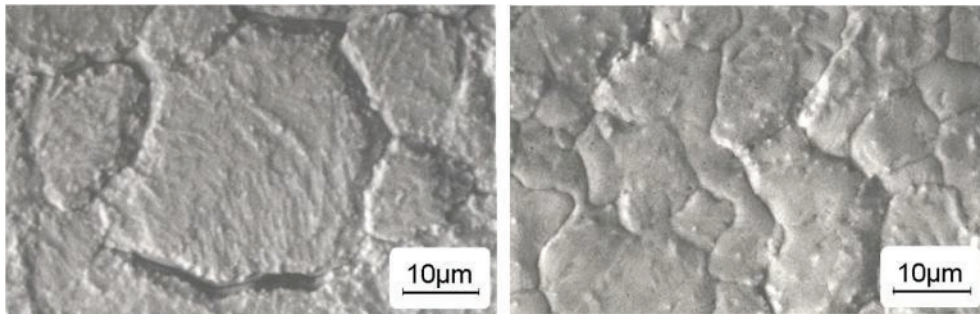
$$\frac{\gamma_A}{\sin\alpha} = \frac{\gamma_B}{\sin\beta} = \frac{\gamma_{AB}}{\sin\gamma}$$

**Glg. 3-24**

**Abbildung 11: Schematische Darstellung der Gleichgewichtsbedingung des thermischen Ätzens [Sca03]**

Soshina verwendet ein „Vakuumätzen“, um die ehemaligen Austenitkorgrenzen an niedrig-Kohlenstoff-legierten Stählen zu untersuchen [Sos13] (Abbildung 10). Clausen ist in Versuchen mit voroxidierten Proben ein Einfluss auf diesen Ätzeffekt gelungen. Es wird vermutet, dass durch Ätzeffekte entstandene Kerben eine lebensdauervermindernde Auswirkung haben, insbesondere, wenn sie mit anderen Oberflächenfehlern zusammenfallen und diese verstärken (Abbildung 12).

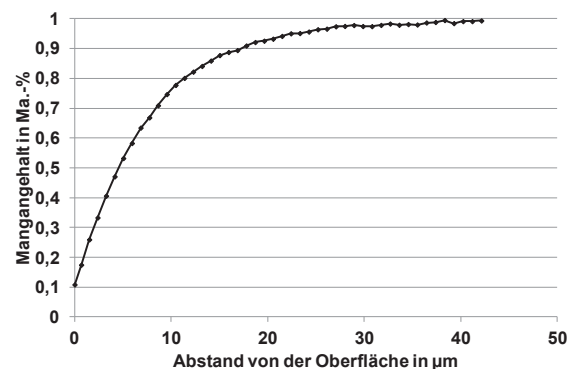




**Abbildung 12: REM (BSE) - Thermisches Ätzen, links: Proben poliert, dann Niederdruck-Aufkohlen (930 °C, 6h), rechts: nach Polieren zusätzlich oxidiert im Luftumwälzofen bei 500 °C für 30 min [Cla08]**

Im Zusammenhang mit thermischen Ätzeffekten ist ein Einfluss der Carbidbildung und Wiederauflösung als zusätzlicher schwingfestigkeitsbeeinflussender Faktor denkbar. Die Carbide bilden sich bevorzugt an den Korngrenzenzwickeln zur freien Oberfläche aus, da dort weniger Energie zur Bildung neuer Oberflächen erforderlich ist. Eine Arbeitshypothese ist nun, dass die Bildung und Wiederauflösung von Carbiden unter Umständen zu einer Verstärkung des Ätzeffektes führt. Dies findet verstärkt statt, je größer die Carbide in einem Aufkohlungsprozess werden.

Ein weiterer Nebeneffekt des Niederdruck-Aufkohlens ist die Effusion von Legierungselementen. Es wurde beobachtet, dass der Mangangehalt in der direkten Randschicht stark vermindert wird (siehe Abbildung 13). Da Mangan dem Stahl als härtebarkeitssteigerndes Element zulegiert wird, geht man davon aus, dass die verringerte Härtebarkeit eine Abnahme der Randschichtfestigkeit und somit eine geringere Schwingfestigkeit ergibt. Die Ursache für die Manganeffusion wird in dem vergleichsweise niedrigen Dampfdruck des Mangans gesehen. Bei Temperaturen von 1050 °C wurde auch die Effusion von Stickstoff beobachtet. Da sich spezielle Legierungskonzepte von Einsatzstählen inzwischen auch für Wärmebehandlungen in diesen Temperaturbereichen eignen, sind eine weitere Festigkeitsabnahme und auch eine verminderte Schwingfestigkeit denkbar. Mehrere Veröffentlichungen zu mechanischen Eigenschaften niederdruckaufgekohlter Bauteile zeigen gleichwertige oder sogar überlegene Ergebnisse im Vergleich zum Gasaufkohlen [Stb06]. Sind die festgestellten Nebeneffekte eines Niederdruck-Aufkohlens mit vertretbarem, technischem Aufwand zu vermeiden oder abzuschwächen, kann mit weiteren Festigkeitssteigerungen gerechnet werden.

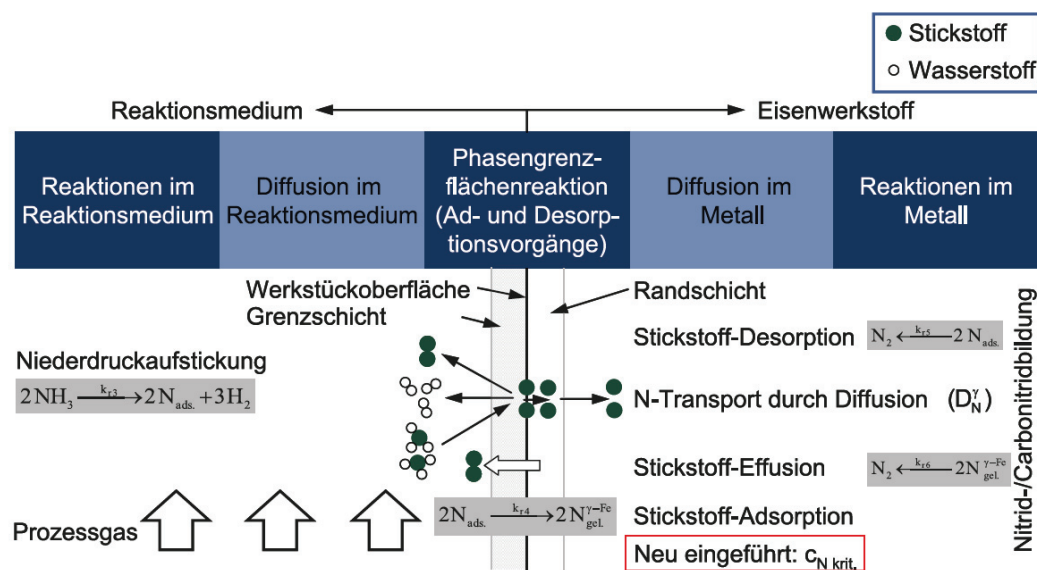


**Abbildung 13: 20CrMo4, GD-OES, Manganeffusion infolge eines Niederdruck-Aufkohlens**

### 3.2.3 Niederdruck-Carbonitrieren

Ähnlich dem Carbonitrieren in Atmosphärendruck-Prozessen wurde in der jüngeren Vergangenheit die Entwicklung des Niederdruck-Carbonitrierens vorangetrieben [Car12]. Nach derzeitigem Stand der Technik wird Ammoniak als Stickstoffspender eingesetzt [Alt03, Grä07]. Prinzipiell sind von im Niederdruck carbonitrierten Schichten ähnliche Eigenschaften zu erwarten, wie sie durch einen Atmosphärendruck-Carbonitrierprozess erzeugt werden (siehe 3.2.1). Die fast sauerstofffreie Niederdruckatmosphäre bietet jedoch den Vorteil einer ausbleibenden Randoxidation, sodass in Kombination mit einem Hochdruck-Gasabschrecken metallisch blanke Oberflächen hergestellt werden können.

Die Stickstoffaufnahme erfolgt durch die Adsorption von  $\text{NH}_3$ -Molekülen an der Oberfläche des Bauteils, wo diese katalytisch zerfallen und diffusionsfähiger, atomarer Stickstoff entsteht (Abbildung 14). Da Ammoniak unter den thermischen Bedingungen einer Aufkohlung von 940 °C nicht stabil ist, nimmt die aufstickende Wirkung der Atmosphäre mit steigender Temperatur ab [Grä07].



**Abbildung 14: Aufsticken beim Niederdruck-Carbonitrierprozess [Hag11]**

Das Ammoniak zerfällt in Wasserstoff und rekombinierten Stickstoff  $N_2$ , der nicht diffusionsfähig ist. Bei 1050 °C ist bereits nicht mehr mit nennenswerter Aufstickung zu rechnen. Anders als Kohlenstoff effundiert Stickstoff bei den üblichen Drücken der Niederdruckatmosphären. Hierdurch stellt sich nach einer gewissen Zeit ein Gleichgewicht zwischen einer Aufnahme von Stickstoff und der Effusion ein [Alt03]. Die bei einem gewissen Ofendruck lösliche Menge Stickstoff lässt sich mit dem Sievertschen Gesetz berechnen. Das Ergebnis zeigt ebenfalls den Randstickstoffgehalt an, bis zu dem bei weiterem Halten der bereits aufgestickten Bauteile der Stickstoffgehalt wieder abnehmen würde. Daraus entstehen Einschränkungen in Bezug auf die Druck- und Temperaturführung eines Niederdruck-Carbonitrierprozesses. Generell ist eine niedrige Temperatur für das Erreichen höherer

Stickstoffgehalte sinnvoll. Im Gegenzug sinkt der Diffusionskoeffizient des Stickstoffs im Austenit, sodass geringere Tiefen erreicht werden.

Bei der Stickstoffaufnahme zeigt sich eine starke Zunahme bei Druckerhöhungen von 10 auf 50 mbar, wobei Randstickstoffgehalte von ~0,22 bis 0,61 Massenprozent an einem 16MnCr5 mit einem zuvor eingestellten Kohlenstoffprofil (Randkohlenstoffgehalt = 0,65 Ma.-%,  $At_{0,3Ma.-%} = 0,65 \text{ mm}$ ) ergaben [Grä07]. Der Grund für die bei weiterer Druckerhöhung kaum gesteigerte Stickstoffaufnahme wird laut Gräfen und Altena in einer Sättigung der Randschicht an interstitiellen Legierungselementen gesehen. Als Richtwert wird angegeben, dass ab einem Gesamtgehalt (Ma.-% C + Ma.-% N) von einem Massenprozent mit nur noch vergleichsweise geringfügiger Stickstoffaufnahme gerechnet werden kann [Alt03]. Ähnlich den anderen thermochemischen Verfahren besteht auch bei einem Aufsticken im Niederdruck eine Abhängigkeit des Randgehalts von der chemischen Zusammensetzung des Stahls. Nitridbildner erzeugen höhere Randgehalte, indem teilweise Stickstoff in Nitriden abgebunden wird und so die Matrix weiterhin aufnahmefähig bleibt. Sie verringern allerdings die Aufstickungstiefe und abgebundener Stickstoff steht nicht für eine Steigerung der Härtebarkeit zur Verfügung. Besondere Herausforderungen entstehen aufgrund der Wechselwirkungen zwischen Kohlenstoff und Stickstoff. Die Elemente beeinflussen sich in ihrer Aktivität gegenseitig (siehe 3.1.2). Dies wirkt sich zusätzlich zu den Unterschieden in den Ofenatmosphärenparametern, die für die Aufnahme von Stickstoff aus dem Ammoniak und die Aufkohlung mit Acetylen sinnvoll sind, auf die Prozessgestaltung aus. Wegen der erwähnten „Rückeffusion“ des Stickstoffs bei Aufkohlungsdruck gilt eine frühe Zugabe von Ammoniak und ein Aufsticken des Bauteils als nicht sinnvoll. Auch ist ungeklärt, wie sich eine gleichzeitige Zugabe von Acetylen und Ammoniak auf die Stoffaufnahme und Gleichmäßigkeit der Bauteiloberflächen innerhalb einer Charge auswirkt. Der bisher angestrebte Prozess besteht aus wechselnden Aufkohlungs- und Aufstickungssegmenten mit einem längeren Segment unter Ammoniakzugabe zu Prozessende.

Für die Einführung eines Carbonitrierprozesses in Härtereien mit bereits installierten Anlagen für ein Niederdruck-Aufkohlen ist zu beachten, dass für die Ammoniakversorgung verträgliche Komponenten erforderlich sind. Buntmetallhaltige, mit dem Prozessgas in Berührung kommende Anlagenkomponenten sind unzulässig.

### 3.3 Lebensdauer – Definition und Einflüsse

#### 3.3.1 Der Wöhlerversuch

Der von August Wöhler gegen Mitte des 19. Jahrhunderts eingeführte und nach ihm benannte technische Versuchsablauf zur Ermittlung der Ermüdungsfestigkeit untersucht ungekerbte (polierte), gekerbte oder auch bauteilähnliche Proben. Sie werden periodisch wiederholten Lastamplituden mit Axial-, Biege- und/oder Torsionsbeanspruchungen in Sinus- oder Drei-

eckform unterworfen [Rad07]. Der zeitliche Verlauf dieser Beanspruchungen wird gekennzeichnet durch eine Mittelspannung  $\sigma_m$  (auch Dehnungen, Kräfte oder Momente als bestimmende Größen sind üblich) und den Schwingungsausschlag, der Spannungsamplitude  $\sigma_a$  (Abbildung 15). Der sich ergebende Maximalwert der auftretenden Spannung ist die Ober-spannung  $\sigma_o$ , der Minimalwert entspricht der Unterspannung  $\sigma_u$  [Mac11]. Die hierdurch charakterisierte Größe wird in der Literatur als Spannungsverhältnis  $R$  bezeichnet. Um einer Verwechslung mit der allgemeinen Gaskonstanten  $R$  vorzubeugen, wird in dieser Arbeit für das Spannungsverhältnis  $R_\sigma$  verwendet (Glg. 3-25).

$$R_\sigma = \frac{\sigma_u}{\sigma_o}$$

Glg. 3-25

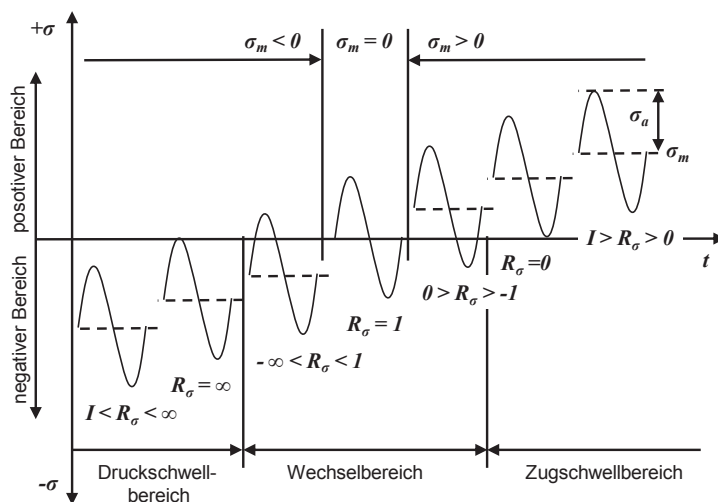


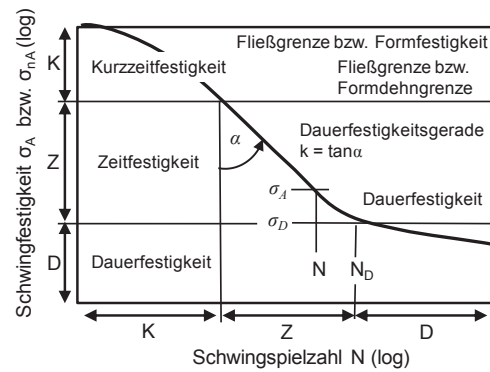
Abbildung 15: Belastungsformen des einstufigen Wöhlerversuchs

Eine volle Schwingung mit konstanter Periodendauer gilt als Schwingspiel oder auch Lastzyklus, kurz Lz. Die Beanspruchung wird bis zu einem Versagenskriterium, üblicherweise dem vollständigen Bruch, aufgeprägt [Rad07]. Es wird je eine Mindestzahl Proben auf verschiedenen Lasthorizonten bis zu diesem Versagenskriterium geprüft. Das Ergebnis kann in einem Diagramm mit Auftragung

der Spannung auf der Ordinate und der erreichten Schwingspielzahl  $N$  auf der Abszisse dargestellt werden. Die Abszisse ist nach DIN 50100 logarithmisch eingeteilt. Inzwischen erfolgt die Teilung der Ordinate ebenfalls überwiegend logarithmisch [Hai02]. Grundsätzlich wird bei den Wöhlerlinien zwischen zwei Typen unterschieden. Der Typ I stellt Kurven dar, die eine echte Dauerfestigkeit aufweisen und bei einer Grenzschningspielzahl  $N_D$  in die Dauerfestigkeit übergehen. Dieser als knee-point bezeichnete Knickpunkt liegt bei unlegierten Stählen im Bereich von  $10^6$ - $10^7$  Schwingspielen [Rad07]. Die Dauerfestigkeit ist derjenige Spannungshorizont  $\sigma_D$ , der statistisch gesehen unendlich oft schwingend ertragen werden kann. Kurven des Typs II sind in Abbildung 16 angedeutet (gestrichelte Linie). Sie zeigen keine echte Dauerfestigkeit sondern knicken in eine Gerade mit niedrigeren, ertragbaren Spannungen bei zunehmender Schwingspielzahl ein. Die Steigung dieser Geraden ist

geringer als die der Zeitfestigkeitsgeraden. Diese Art der Wöhlerlinie wird beispielweise an legierten Stählen, Aluminium- und Kupferlegierungen beobachtet [Rad07]. Ein weiterer Typ ist seit Kurzem in der wissenschaftlichen Diskussion aufgetaucht. Hierbei handelt es sich um Werkstoffe, die bisher als Typ I angenommen wurden. Es zeigte sich jedoch, dass ab weit höheren Schwingspielzahlen als  $10^7$  Brüche festgestellt werden können. Hierbei wird vom V/UHCF-Bereich gesprochen (very/ultra

high cycle fatigue). Schon bei den üblichen erreichten Schwingspielzahlen sind lange Versuchsdauern erforderlich. Die sich durch maschinen- und systembedingte Parameter ergebende Prüffrequenz gibt die Versuchszeit bis zum Erreichen einer Grenzschningspielzahl vor [Hai02]. Deshalb bietet sich eine statistische Versuchsplanung oder das Vorgehen nach etablierten Versuchsdurchführungen im entsprechenden Anwendungsfall an.



**Abbildung 16: Wöhlerlinie und Kennwerte nach [Hai02]**

### 3.3.2 Werkstoffermüdung bei zyklischer Beanspruchung

Eine große ingenieurtechnische Herausforderung ist, dass Bauteile unter zyklischer Belastung versagen, obwohl die Werkstoffbeanspruchung unterhalb der ermittelten statischen Festigkeit liegt. Die für ein Versagen durch Bruch nötige Bildung eines Risses (Mikroriss) beginnt zumeist an geometrischen Kerben oder Fehlstellen im polykristallinen Gefüge, an denen es zu lokalen Spannungsüberhöhungen kommt. Dies können Einschlüsse oder bereits vorhandene Risse sein, die im Fertigungsprozess entstanden sind (z. B. Härterisse) [Rad07]. Eine weitere Modellvorstellung der Rissbildung basiert auf der Entstehung von Extrusionen und Intrusionen, die sich infolge von lokalisierten Gleitvorgängen in Gleitbändern ausprägen [Blu86, Grs96]. An das Stadium der Mikrorissbildung schließt sich das Risswachstum an, welches unter der Annahme einer nur geringen elastischen Verformung in der Rissspitze durch die lineare Bruchmechanik beschrieben werden kann. Dies lässt die Vorhersage des Rissfortschritts anhand von Spannungsintensitätsfaktoren  $K$  zu. Diese Spannungsintensität wird über die Länge eines vorhandenen Risses  $a$ , einen Geometriefaktor  $Y$  und die Spannung  $\sigma$  definiert [Glg. 3-26]:

$$K = \sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y$$

**Glg. 3-26**

Bei schwingender Beanspruchung verursacht die zeitlich veränderliche Spannung  $\Delta\sigma$  (z.B.  $\Delta\sigma = \sigma_o - \sigma_u$ , siehe Kapitel 3.3.1) einen sich zeitlich ändernden Spannungsintensitätsfaktor mit der Schwingbreite  $\Delta K$  (Glg. 3-27).

$$\Delta K = \Delta\sigma \cdot \sqrt{\pi \cdot a} \cdot Y \quad \text{Glg. 3-27}$$

Die Erfahrung zeigt, dass sich ein Riss bei konstanter Spannungsamplitude bis zum Restbruch durch ein Bauteil bewegt. Da die Risslänge zunimmt, muss nach Glg. 3-27 die Spannungsintensität zunehmen. Es wird davon ausgegangen, dass sich ein Riss jeweils nur um eine bestimmte Länge  $a$  pro Schwingspiel  $N$  vergrößert, die von der Spannungsintensität abhängt [Blu86].

Der Rissfortschritt bzw. das Ermüdungsrissswachstum wird hierbei über die Rissswachstumsrate  $da/dN$  charakterisiert [Grs96]. Die in Abbildung 17 eingeführte Gleichung 3-28 zeigt, dass die Rissswachstumsrate über einen gewissen Bereich durch eine Gerade in doppellogarithmischer Auftragung dargestellt werden kann. Das Gebiet dieser Geraden wird als stabile Rissausbreitung bezeichnet.

$$\frac{da}{dN} = C(\Delta K)^m \quad \text{Glg. 3-28}$$

Die Parameter  $C$  und  $m$  sind werkstoff- und belastungsabhängige Größen, die experimentell ermittelt werden können. Bei konstanter Spannungsamplitude nimmt die Spannungsintensität alleine aufgrund des Rissswachstums weiter zu, bis schließlich überkritisches Rissswachstum und der Restbruch eintreten (Bereich III in Abbildung 17).

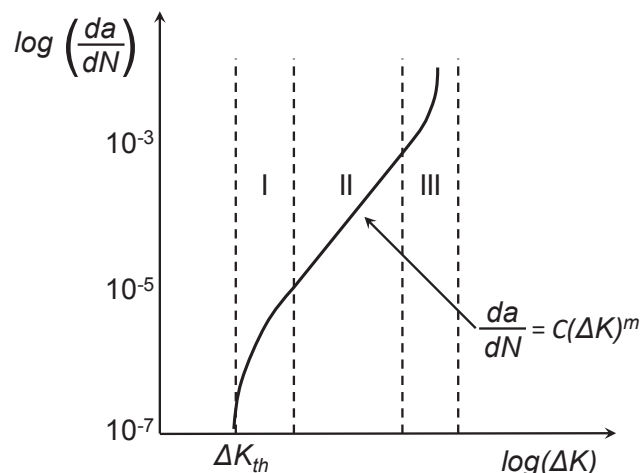


Abbildung 17: Ermüdungsrissswachstum

tum und der Restbruch eintreten (Bereich III in Abbildung 17).

Da technische Materialien üblicherweise fehlstellenbehaftet sind, stellt sich die Frage, wann es an einer Fehlstelle bei gegebener Bauteilbelastung zu Rissswachstum kommen kann. Eine Modellbetrachtung für dieses Problem bietet das Kitagawa-Diagramm. Es stellt einen Zusammenhang zwischen der vorhandenen Risslänge und der für ein Rissswachstum notwendigen Spannung her. "Ausgangspunkt" in Abbildung 18 ist die Spannungsbreite  $\log \Delta\sigma$  der Spannungsamplitude  $\sigma_A$  bei einem



Spannungsverhältnis  $R_\sigma = 0$  in Punkt A (reiner Zug,  $\sigma_u = 0$ ). Hier beginnt eine konstante Gerade "1". Bei einer kritischen Risslänge  $a^*$  wird diese von einer weiteren Geraden "2" geschnitten. Sie hat die Funktion

$$\Delta\sigma(a) = \frac{\Delta K_{th}}{Y \cdot \sqrt{\pi \cdot a}} \quad \text{Glg. 3-29}$$

Überschreitet die Spannungsbreite den durch diese Geraden nach unten abgegrenzten Bereich, tritt Risswachstum ein. Im Bereich des Schnittpunktes im Punkt E wird dies allerdings nicht durch eine scharfe Trennung mit Knickpunkt beschrieben, sondern durch einen Übergang von der konstanten Geraden 1 in die Gerade 2. Bei einer Risslänge  $d$  beginnt die Spannungsbreite von Gerade 1 in die Steigung der Gerade 2 zu fallen, bis ab einer Risslänge von  $kd$  der Bereich der Rissausbreitung durch Gerade 2 begrenzt wird. Das Diagramm veranschaulicht den Umstand, dass

1. ein in einem Bauteil vorhandener Riss bei Beanspruchung nicht zwangsläufig wächst und
2. ein über eine kritische Länge angewachsener Riss auch bei geringen Spannungen weiter wachsen kann.

Ein weiterer wichtiger Aspekt in der Betrachtung von Kitagawa-Diagrammen ist die Theorie von Murakami, bei der alle Defekte als Riss mit der Größe der Projektionsfläche des Defekts in Beanspruchungsrichtung betrachtet werden können [Mur02]. Somit ermöglicht ein Kitagawa-Diagramm auch Aussagen darüber, wie groß beispielsweise ein nichtmetallischer Einschluss sein darf, bevor bei bekannter Spannung von diesem Risswachstum ausgeht. Allerdings wird aus der Praxis ersichtlich, dass sich die Ursache für ein Bauteilversagen nicht immer eindeutig ermitteln lässt. Ermüdung ist ein eigentlich nicht entkoppelbares Vielparameterproblem [Rad07]. Dies hat zur Folge, dass man zwar später einen Rissausgang ermitteln und möglicherweise sogar eine „Defektstelle“ als solchen identifiziert, der Riss aller-

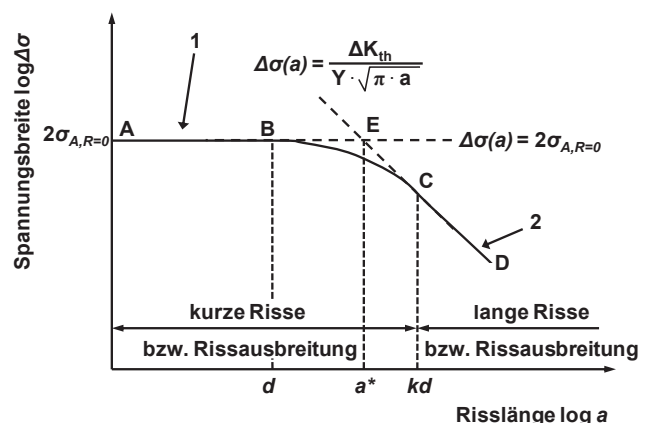


Abbildung 18: Kitagawa-Diagramm nach [Ste07]

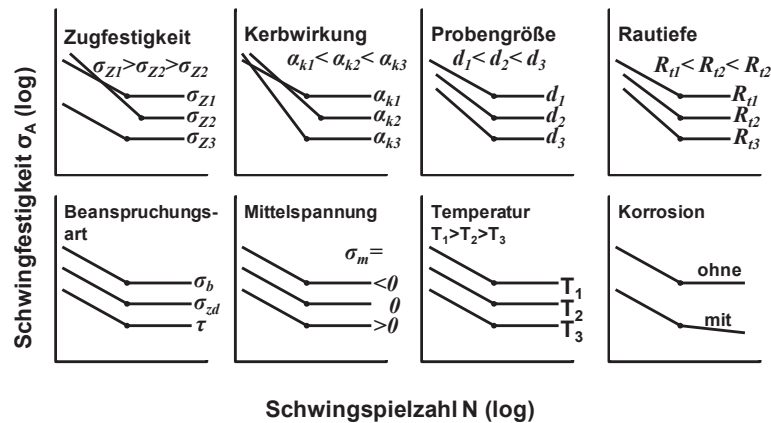


Abbildung 19: Einflussgrößen auf die Lebensdauer nach [Rad07]

dings nur aufgrund auch anderer ungünstiger Umstände dort seinen Ursprung fand. Abbildung 19 zeigt den qualitativen Einfluss verschiedener Faktoren auf die Schwingfestigkeit.

Im Folgenden werden nur die in dieser Arbeit maßgeblichen Einflussgrößen erläutert, die besonders in Hinblick auf die Zahnfußdauerfestigkeit betrachtet werden sollten. Nicht alle lassen sich durch die Wärmebehandlung beeinflussen und manche treten in unvermeidbarer Form neben der gewünschten Härtesteigerung auf.

### 3.3.2.1 Einfluss der Oberflächenqualität

Die Lebensdauer von Proben mit sonst gleichen Eigenschaften sinkt in der Regel mit abnehmender Oberflächenqualität (siehe auch Abbildung 19) [Bar02, Rad07]. Oft werden durch unterschiedliche Fertigungsverfahren neben einem abweichenden Rauheitswert allerdings auch andere Eigenspannungszustände in der Randschicht erzeugt, die zu veränderten Gesamteigenschaften der Randschicht führen [Lae06]. Es muss daher zwischen dem reinen Einfluss der Oberflächenqualität und möglicherweise gleichzeitig auftretenden Nebeneffekten unterschieden werden. Die DIN 3990-3 lässt einen Oberflächeneinfluss über den Oberflächenfaktor in die Tragfähigkeitsberechnung von Zahnrädern einfließen. Sozusagen als „Worst Case Scenario“ wird ein Oberflächenfaktor  $Y_R$  von 0,8 angegeben. Dieser besagt, dass die Dauerfestigkeit für das spätere Zahnrad um 20 % verringert gegenüber einer glatten, polierten Probe gleichen Werkstoffs angenommen werden kann. Hierfür müssen allerdings sehr hohe Rauheitswerte von  $R_z = 40 \mu\text{m}$  oder mehr erreicht werden. Für Bauteile mit Randoxidation gilt, dass sich eine erhöhte Rauheit weniger stark auswirkt, als bei Teilen, an denen die Randoxidation entfernt wurde [Lae06].

### 3.3.2.2 Einfluss des Reinheitsgrads

Bei der Stahlherstellung kann es zum Eintrag ungewünschter Bestandteile in den Stahl kommen [Bar02]. Die Analyse dieser Einschlüsse sind in ISO 4967 oder auch DIN EN 10247-2007 sowie DIN 50602 geregelt und bieten somit eine Grundlage für die Bewertung des Reinheitsgrads. In der Regel hängt die Anzahl unerwünschter Partikel im Stahl mit dem



Herstellungsprozess zusammen. Elektroschlacke-Umschmelzverfahren liefern bessere Reinheit als konventionelle Erschmelzungsverfahren. Im Elektronenstrahl umgeschmolzene Sorten erreichen wiederum noch geringere Einschlusszahlen [Jän85]. Die Einschlüsse werden als innere Kerben eingestuft, an denen es genau wie an geometrischen Kerben zu einer Spannungsüberhöhung kommt. Die Stärke dieses Effekts ist von der Größe, der Form und der Härte des Einschlusses abhängig. Üblicherweise werden oxidische Einschlüsse wegen ihrer Härte als problematischer als sulfidische eingestuft [Sau90]. Carbide sind ebenfalls als Einschlüsse mit hoher Härte zu werten. Deswegen ist es wichtig, die Wärmebehandlung so zu gestalten, dass innerhalb der martensitischen Randschicht keine oder nur fein verteilte Carbide in der Art einer Ausscheidungsverfestigung vorhanden sind. Wie in Kapitel 3.1.2 lässt sich anhand der Aktivität eine Zusammensetzung der Aufkohlungsatmosphäre ermitteln, die nicht zu einer Bildung von Carbiden führt.

Generell sinken mit verschlechtertem Reinheitsgrad die Zeitfestigkeit und die Dauerschwingfestigkeit [Jän84]. Die zusammenfassende und umfangreiche Arbeit von Murakami auf dem Gebiet der nichtmetallischen Einschlüsse zeigt auf, dass die Größe und die Verteilung bzw. Häufigkeit von Einschlüssen grundlegenden Einfluss auf die Dauerfestigkeit haben [Mur02]. Die zu erwartende Dauerfestigkeit lässt sich anhand von Gleichungen abschätzen, worin die auf eine zur maximalen Hauptspannung parallele Ebene projizierte Einschlussfläche in  $\mu\text{m}^2$  verwendet wird (siehe Gleichung 3-28,  $\sigma_D$  in MPa,  $H_V$  in  $\text{kgf}/\text{mm}^2$ ).

$$\sigma_D = k \cdot \frac{H_V + 120}{(\sqrt{\text{area}})^{\frac{1}{6}}} \quad \text{Glg. 3-30}$$

Es gilt, dass Einschlüsse ab Überschreiten einer kritischen Größe in Abhängigkeit von der Härte des Grundwerkstoffs als versagenskritisch eingestuft werden können. Sind sie sehr klein, besteht keine dauerfestigkeitsvermindernde Auswirkung. Murakamis Theorie ist, dass sich eine Bohrung äquivalent zu Einschlüssen verhält. Somit lassen sich prinzipiell für jeden Werkstoff experimentell Daten über die „Empfindlichkeit“ gegenüber Einschlüssen gewinnen. Im Idealfall des defektfreien Materials gilt eine Dauerfestigkeit von etwa 1,6 mal der Vickershärte. Glg. 3-30 ist gültig bis zu einem Wert von 1000  $\mu\text{m}$  für  $\sqrt{\text{area}}$ .

### 3.3.2.3 Einfluss der Eigenspannungen

Es ist zwischen Eigenspannungen I., II. und III. Art zu unterscheiden. Während Eigenspannungen I. Art über weite Werkstoffbereiche homogen sind, sind Eigenspannungen II. Art nur über wenige oder einzelne Körner homogen und derer III. Art bereits in wenigen Atomabständen inhomogen [Mac73]. Der Einfluss von Eigenspannungen auf die Lebensdauer ist in verschiedenen Veröffentlichungen dargelegt worden [Zür89, Hai02, Fer07]. Sie überlagern

die von der Bauteilbelastung erzeugten Spannungen und können somit als Mittelspannungen betrachtet werden [Zür89]. Üblicherweise liegen die Eigenspannungen I. Art bei einsatzgehärteten Bauteilen nahe der Oberfläche im Druckbereich. Dies führt dazu, dass die aus den Lasten resultierenden Spannungen um den Betrag der Druckeigenspannungen vermindert werden und die Lebensdauer ansteigt [Zür89]. Liegen im Bauteil unter Betriebsbedingungen aber beispielsweise Randschichten mit signifikanten Restaustenitanteilen im Gefüge vor, werden die ES I. Art aus den ES II. Art im Martensit und Restaustenit berechnet. So können hier die Eigenspannungen II. Art durchaus in für die Lebensdauer ungünstigen Beträgen vorliegen und die Lebensdauer verringern [Raz85]. Cohen untersuchte beispielsweise Bruggerproben mit scharfen und abgerundeten Kanten aus SAE 4320 mit einsatzgehärteter Randschicht [Coh92]. Durch die Überkohlung des scharfen Eckbereichs entstand ein höherer Restaustenitgehalt, der wiederum für geringere Druckeigenspannungen verantwortlich gemacht wurde. Das Resultat war eine um 13 % verringerte Dauerfestigkeit der Proben mit scharfen Kanten gegenüber denen mit abgerundeten Kanten.

Durch verschiedene Abschlussbehandlungen ist es in der Zahnradherstellung üblich, den Eigenspannungszustand in der äußeren Randschicht möglichst günstig einzustellen. Hierbei ist es beispielsweise durch gezieltes Kugelstrahlen möglich, Spannungen von mehr als -1400 MPa zu erzielen [Ste07].

### 3.3.2.4 Einfluss der Korngröße

Die Korngröße wird Anhand von Richtreihen im metallographischen Schliff beispielsweise nach DIN EN ISO 643 ermittelt. Grobes Korn führt zu einer Verringerung der statischen Festigkeitseigenschaften von Stählen.

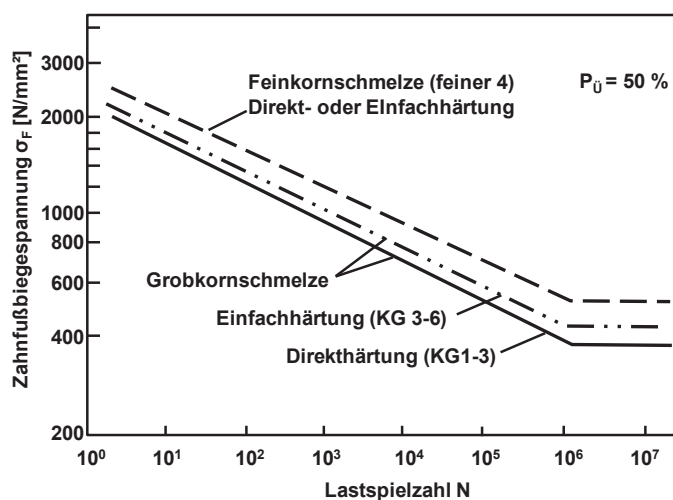


Abbildung 20: Einfluss der Korngröße auf die Zahnfußtragfähigkeit nach [Sau90]

Ein feineres Korn führt zu höherer Festigkeit ohne die Zähigkeit zu vermindern. Auch die Dauerfestigkeit größeren Gefüges ist geringer, als die des feineren Gefüges [Rón62, Jän84, Sau90]. Deshalb wurden in den 90er Jahren viele Werkstoffe einfachgehärtet, da die hierdurch erzeugte Kornrückfeinung deutlich bessere Eigenschaften erzeugte [Kra94]. Moderne Legierungskonzepte sorgen allerdings dafür, dass Einsatzstähle bei den üblichen Behandlungstemperaturen von bis zu 940 °C ohne ein unzulässiges Kornwachstum aufgekohlt werden können und so auch direkthärtbar sind [Sau90].

### 3.3.2.5 Einfluss der Einsatzhärtungstiefe

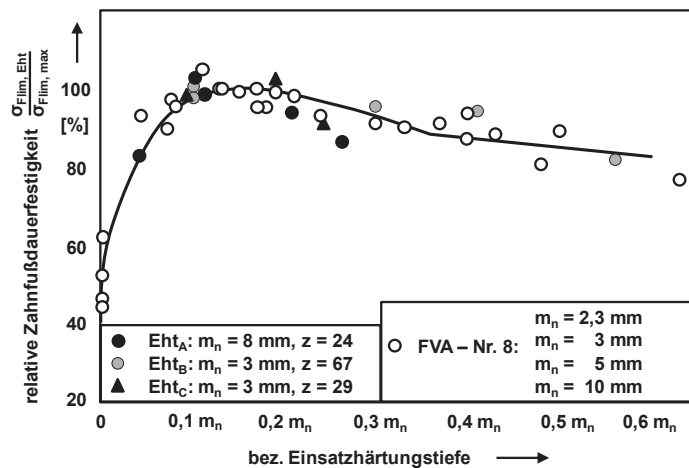


Abbildung 21: Einfluss der normalmodulbezogenen Einsatzhärtungstiefe auf die relative Zahnfußdauerfestigkeit nach [Ste07] aus [Bör76] und [Tob01]

In verschiedenen Veröffentlichungen ist ein Einfluss der Einsatzhärtungstiefe auf die zu erwartende Zahnfußdauerfestigkeit festgestellt worden. Abbildung 21 zeigt eine als maximal zu erwartende Zahnfußdauerfestigkeit bei Einsatzhärtungstiefen von 0,1 bis 0,2 mal Normalmodul an. Dieser Zusammenhang konnte an Zahnrädern verschiedener Moduln und Zähnezahlen nachvollzogen werden.

### 3.3.2.6 Weitere Einflüsse auf die zu erwartende Dauerfestigkeit

Die zu erwartenden Lebensdauer wird durch weitere Faktoren beeinflusst. Nach eigener Einschätzung ist allerdings oft eine Kopplung zu anderen Einflussgrößen gegeben, die eine eher zusammenfassende Behandlung nahelegen.

Stenico führte Untersuchungen zu einem Einfluss der Kernhärte auf die erreichbare Zahnfußdauerfestigkeit durch [Ste07]. Hierbei zeigten sich Tendenzen dazu, dass geringe bis mittlere Härtewerte von etwa 325 HV1 bis 400 HV1 höhere Dauerfestigkeiten erzielten. Er weist jedoch in den Auswertungen darauf hin, dass die überwiegend von der Oberfläche ausgehenden Brüche die Kernhärte eher als einen Indikator für das Wärmebehandlungsergebnis und der daraus resultierenden Gefüge erscheinen lassen.

Einer der derzeit wohl noch umstrittensten Einflüsse auf die Dauerfestigkeit ist der Gehalt an Restaustenit. Zum Einen liegen in diesem Gefüge geringe Festigkeitswerte als in Martensit vor, zum Anderen ist es unempfindlicher bei spannungserhöhenden Einflüssen und verfügt über höhere plastische Verformbarkeit. Zusätzlich zu aufwendigen Messungen ist die Stabilität gegenüber Lastspannungen ein schwer zu beurteilender Faktor.

## 3.4 Oxidation von Eisen und Stahl in Gasen

Eisen bildet in Abhängigkeit von Sauerstoffpartialdruck und Temperatur unterschiedliche stöchiometrische Oxide (siehe Tabelle 3-2). Auf reinem Eisen ist Wüstit ( $\text{FeO}$ ) erst ab Temperaturen über 570 °C stabil. Diese Grenztemperatur wird daher auch als Wüstitpunkt bezeichnet [Rah77]. Bei einer aus verschiedenen Oxiden bestehenden Schicht auf reinen Metallen liegt zumeist eine Abfolge der unterschiedlichen Stöchiometrie mit von der Metallseite

zur Gasseite steigender Wertigkeit vor. Auf Eisen besteht der sogenannte Zunder bei 600 °C zu etwa 90 % aus Wüstit, 7-10 % aus Magnetit und etwa 1 – 3 % Hämatit. Somit wird die Wüstitbildung zum überwiegend geschwindigkeitsbestimmenden Schritt des Schichtwachstums. Die Oxidation findet über den Austausch von Ladungsträgern in Form von Defektelektroden und Ionen über Fehlstellen im Gitter statt. Da Eisen mit Magnetit und Hämatit n-leitende Schichten und mit Wüstit auch p-leitende Schichten bilden kann, ist das Wachstum bzw. der Ladungstransport von der Schichtfolge abhängig. Unterhalb von 570 °C besteht eine Oxidschicht auf Eisen überwiegend aus  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  und einer darüber liegenden Lage  $\text{Fe}_2\text{O}_3$ . Mit sinkenden Temperaturen und abnehmendem Sauerstoff entsteht zunächst nur  $\text{Fe}_3\text{O}_4$ , da die Keimbildung für  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  verzögert ist [zitiert Rah77, Originalquelle lag nicht vor]. Aufgrund des Partialdruckverhältnisses  $p_{\text{O}_2}/p_{\text{Fe}_3\text{O}_4}$  wächst diese Schicht zunächst schnell. Sobald sich darüber jedoch eine Lage  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  ausgeprägt hat, nimmt die Bildungsgeschwindigkeit ab, da nun an der Grenzfläche  $\text{Fe}_3\text{O}_4$  zu  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  feste und ungünstigere Bedingungen für die Leerstellendiffusion vorliegen. Weil ein höherer Sauerstoffpartialdruck aber die Keimbildung von  $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$  fördert, kann er zu einer früheren Bildung dieser Schicht und am Ende zu einer geringeren Oxidationsschichtdicke bei gleicher Dauer führen.

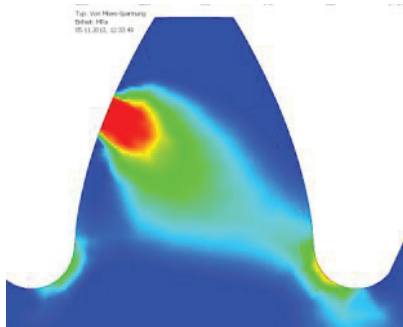
Tabelle 3-2: Eigenschaften der Eisenoxide [Jan03]

| Name            | Formel                         | Struktur     | Farbe     | Dichte<br>[g/cm <sup>3</sup> ] | Atomgewicht<br>[A. U.] | Schmelzpunkt<br>[°C] |
|-----------------|--------------------------------|--------------|-----------|--------------------------------|------------------------|----------------------|
| <b>Wüstit</b>   | $\text{Fe}_{0,9}\text{O}$      | NaCl         | schwarz   | 6,00                           | 71,84                  | 1370                 |
| <b>Magnetit</b> | $\text{Fe}_3\text{O}_4$        | inv. Spinell | schwarz   | 5,17                           | 231,5                  | 1600                 |
| <b>Hämatit</b>  | $\alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3$ | rhombisch    | rot-braun | 5,25                           | 195,7                  | 1565                 |

Legierungselemente beeinflussen den Ablauf der Oxidation stark. Dies führt bis zu einer Passivierung von zum Beispiel höher chromlegierten Stählen durch die Bildung einer geschlossenen, unter normalen Witterungsbedingungen beständigen Schicht. Hierfür sind Chromgehalte ab 13 % notwendig und damit im Kontext für die weiteren Betrachtungen nicht relevant.

### 3.5 Beanspruchungen am Zahn einer Evolventenverzahnung

Der über den Kontaktpunkt belastete Zahn erfährt verschiedene Beanspruchungen, die für die Lebensdauer eines Zahnrads zu berücksichtigen sind. Zunächst entsteht an den gegeneinander abwälzenden Zahnflanken eine Hertz'sche Pressung [Sau90]. Diese wird überlagert



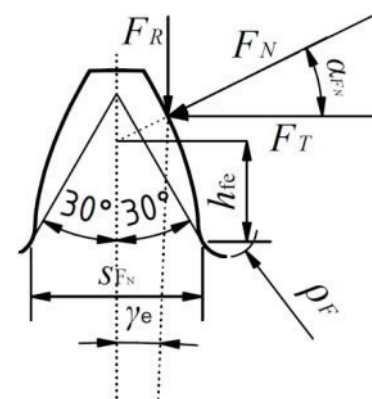
**Abbildung 22: resultierende von Mises-Vergleichsspannungen eines belasteten Zahns, qualitativ (Autodesk IV 2011)**

art gelten müssen (Abbildung 22).

Die auf die Zahnflanke wirkende Normalkraft  $F_N$  aus dem Linienkontakt der gegenüberliegenden Zahnflanke kann in eine Radial- und eine Tangentialkomponente zerlegt werden (siehe Abbildung 23). Während des Abwälzens der Zahnflanken im Betrieb des Getriebes wandern diese Kräfte über die Zahnflanke. Hierdurch ändert sich der Winkel zwischen Flanke und Normalkraft, was zu einer zeitlichen Änderung des radialen und des tangentialen Anteils führt. Dieser Umstand wird durch Pulsatorversuche nicht realitätsgetreu abgebildet. Die Prüfung von Zahnrädern im Pulsator ermöglicht es jedoch, an einem einzelnen Zahnrad eine Vielzahl einzelner Zähne bis zum Restbruch zu prüfen, während in Laufversuchen ein einzelner Zahnabbruch meistens beide Zahnräder zerstört. Die aus Pulsatorversuchen gewonnenen Erkenntnisse sind durch lange und umfangreiche Untersuchungen im Bereich der Zahnradsforschung in guter Näherung auf tatsächlich eingesetzte Zahnräder (in gewissen Grenzen mit anderen Verzahnungsdaten) übertragbar. Der Pulsatorversuch dient der Ermittlung der Zahnfußdauerfestigkeit. Für die Untersuchung der Grübchentragsfähigkeit sind Laufversuche erforderlich (siehe DIN 3990-2).

Für die Berechnung der resultierenden Zahnfußspannung aus

einer auf eine Zahnflanke aufgeprägten Normalkraft werden in den Normen DIN 3990-3 und ISO 6336 die notwendigen analytischen Wege vorgegeben. Wegen des hohen Umfangs wird hier nur auf Kernaspekte der Berechnung nach DIN 3990 eingegangen und für weitere Erläuterungen auf die Normenwerke verwiesen.



**Abbildung 23: Belastungen am Zahn, angelehnt an DIN 3990-3**

Auf analytischem Wege ergibt sich die Zahnfuß-Nennspannung durch Methode B der DIN 3990-3 nach:

$$\sigma_{FOB} = \frac{F_T}{b \cdot m_n} \cdot Y_F \cdot Y_S \cdot Y_\beta \quad \text{Glg. 3-31}$$

$Y_F$  ist hierin ein auf die Zahnform anpassender Faktor, der sich nach

$$Y_F = \frac{6 \cdot \frac{h_{fe}}{m_n} \cdot \cos \alpha_{FN}}{\left(\frac{S_{FN}}{m_n}\right)^2 \cdot \cos \alpha_n} \quad \text{Glg. 3-32}$$

errechnet. Weiterhin wird über den Faktor  $Y_S$  die Kerbwirkung durch den Radius des Zahnfußes berücksichtigt:

$$Y_S = \left(1,2 + 0,13 \cdot \left(\frac{S_{FN}}{h_{fe}}\right)\right) \cdot \left(\frac{S_{FN}}{2 \cdot \rho_F}\right)^{\left(1,2 + \frac{0,13}{\left(\frac{S_{FN}}{h_{fe}}\right)}\right)} \quad \text{Glg. 3-33}$$

$Y_\beta$  dient der Berücksichtigung der Zahneingriffsverhältnisse bei Schrägverzahnungen und ist in diesem Fall, der geradverzahnten Referenzverzahnung, gleich eins.

Durch weitere in einem Getriebe auftretende Einflussfaktoren wäre die dort wirksame Zahnfußspannung:

$$\sigma_F = \sigma_{FO} \cdot K_A \cdot K_V \cdot K_{F\beta} \cdot K_{F\alpha} \quad \text{Glg. 3-34}$$

In Pulsatorversuchen kann angenommen werden, dass keine zusätzlichen Einflussfaktoren auftreten, sodass  $\sigma_F = \sigma_{FO}$  gilt [Ste07]. Für einen sicheren Betrieb muss das Zahnrad schließlich so ausgelegt werden, dass die zulässige Zahnfußspannung  $\sigma_{FP}$  nicht überschritten wird.

$$\sigma_{FP} = \frac{\sigma_{Flim} \cdot Y_{ST} \cdot Y_{NT}}{S_{Fmin}} \cdot Y_{\delta relT} \cdot Y_X \cdot Y_{RelT} \quad \text{Glg. 3-35}$$

Die für eine solche Berechnung erforderliche dauerhaft ertragene Zahnfuß-Biegenennspannung  $\sigma_{Flim}$  ist die Spannung, welche nach DIN 3990-5 schließlich aus Pulsatorversuchen an Standard-Referenzprüfrädern folgt. Sie berücksichtigt ebenso Einflüsse des Oberflächenzustands, des Werkstoffs, der Prüfradabmessungen sowie der Wärmebehandlung.

## 4 Durchführung

### 4.1 Untersuchte Werkstoffe

#### 4.1.1 18CrNiMo7-6

Der innerhalb dieser Arbeit verwendete 18CrNiMo7-6 wurde von der Buderus Edelstahlwerke GmbH hergestellt. Es handelte sich um einen Blockguss mit 475 mm x 475 mm Fußquerschnitt, der bei Temperaturen oberhalb von 1200 °C auf den Halbzeug-Querschnitt Ø 150 mm mit einem mittleren Umformgrad von 6 gewalzt wurde.

##### 4.1.1.1 Chemische Analyse

Die folgenden Tabellen enthalten die Ergebnisse der chemischen Analyse mittels OES. Der Werkstoff lag in allen überprüften Bereichen innerhalb der Vorgaben. Von besonderem Interesse waren die Legierungselemente, welche die Feinkornbeständigkeit bei geeignetem Auslagerungszustand verbessern. Hier ist lediglich der Titangehalt etwas geringer als es Literaturquellen nahelegen [Hip05]. Die Feinkornbeständigkeit beeinträchtigt dies jedoch nicht (siehe 4.1.1.5).

Tabelle 4-1: 18CrNiMo7-6, Ausschnitt der Eingangsanalyse der chemischen Zusammensetzung

| Element [Ma.-%] | Kohlenstoff | Chrom     | Nickel    | Molybdän    | Mangan    | Schwefel |
|-----------------|-------------|-----------|-----------|-------------|-----------|----------|
| Min. – Max. DIN | 0,15 – 0,21 | 1,5 – 1,8 | 1,4 – 1,7 | 0,25 – 0,35 | 0,5 - 0,9 | ≤ 0,035  |
| Mittelwert      | 0,171       | 1,668     | 1,668     | 0,306       | 0,532     | 0,002    |
| Standardabw.    | 0,008       | 0,016     | 0,011     | 0,002       | 0,004     | 0,0001   |
| %-Stabw.        | 4,7         | 0,96      | 0,66      | 0,65        | 0,75      | 5,0      |

Tabelle 4-2: 18CrNiMo7-6, chemische Analyse der maßgeblich feinkornstabilisierenden Elemente

| Stickstoff [ppm] geplant: 130-155 ppm |       |      |        | Aluminium [ppm] geplant: 200-240 ppm |       |      |        |
|---------------------------------------|-------|------|--------|--------------------------------------|-------|------|--------|
| Scheibenpos.<br>Stangenpos.           | links | Kern | rechts | Scheibenpos.<br>Stangenpos.          | links | Kern | rechts |
| 1. Scheibe                            | 160   | 167  | 160    | 1. Scheibe                           | 273   | 269  | 271    |
| 2. Scheibe                            | 162   | 173  | 167    | 2. Scheibe                           | 270   | 270  | 267    |
| 3. Scheibe                            | 162   | 164  | 166    | 3. Scheibe                           | 265   | 265  | 260    |
| 4. Scheibe                            | 164   | 186  | 170    | 4. Scheibe                           | 268   | 260  | 265    |

| Titan [ppm] geplant: 80-100 ppm |       |      |        | Niob [ppm] geplant: 320-360 ppm |       |      |        |
|---------------------------------|-------|------|--------|---------------------------------|-------|------|--------|
| Scheibenpos.<br>Stangenpos.     | links | Kern | rechts | Scheibenpos.<br>Stangenpos.     | links | Kern | rechts |
| 1. Scheibe                      | 53    | 58   | 53     | 1. Scheibe                      | 300   | 310  | 290    |
| 2. Scheibe                      | 53    | 55   | 54     | 2. Scheibe                      | 300   | 310  | 300    |
| 3. Scheibe                      | 56    | 54   | 54     | 3. Scheibe                      | 310   | 310  | 300    |
| 4. Scheibe                      | 57    | 57   | 55     | 4. Scheibe                      | 310   | 330  | 300    |



#### 4.1.1.2 Härtebarkeit

Das folgende Diagramm zeigt die Härteverlaufskurven (angelehnt an DIN EN ISO 642), die sich aus den Auswertungen der entsprechenden Proben ergab. Die Härtebarkeit des 18CrNiMo7-6 befand sich leicht unterhalb des HH Bandes, lag allerdings voll im H Band.

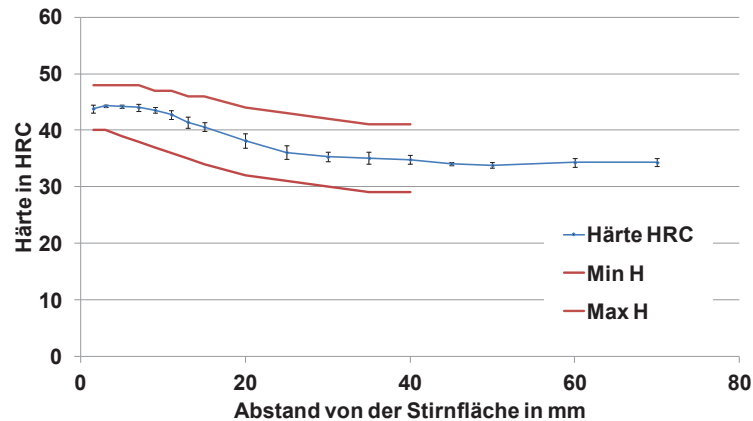


Abbildung 24: 18CrNiMo7-6, Mittelwert der Härtebarkeitskurven aus 4 Proben

#### 4.1.1.3 Gefüge

Das Gefüge des 18CrNiMo7-6 war ferritisch mit Anteilen Bainit. Es zeigte leichte Seigerungszeilen, die im üblichen technischen Rahmen lagen.

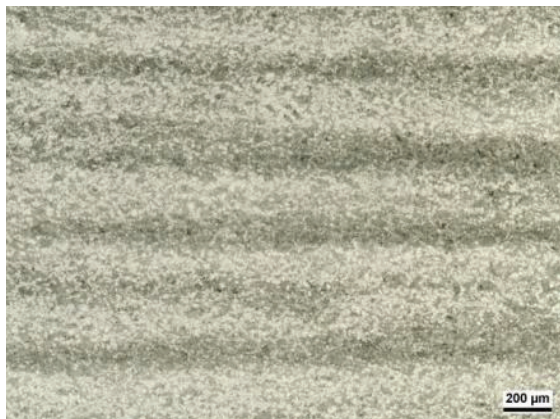


Abbildung 25: 18CrNiMo7-6, Längsschliff geätzt



Abbildung 26: 18CrNiMo7-6, Längsschliff geätzt

#### 4.1.1.4 Reinheitsgrad

Der Reinheitsgrad wurde zunächst nach ISO 4967 bestimmt. Die folgenden Tabellen zeigen eine Zusammenfassung der Ergebnisse der Untersuchungsmethoden A und B.

Einschlussgruppen:

A Sulfide: leicht verformbar, einzelne graue Partikel mit einer großen Spanne im Längen-Breiten-Verhältnis

B Aluminate: zahlreiche nichtverformbare, eckige Partikel mit geringem Längen-Breiten-Verhältnis ( $< 3$ ). Schwarz oder bläulich. Partikel aufgereiht in Deformationsrichtung (mindestens 3)



C Silikate: leicht verformbar, einzelne schwarze oder dunkelgraue Partikel mit einer großen Spanne im Längen-Breiten-Verhältnis (generell  $> 3$ ) und allgemein scharfen Enden

D globulare Oxide: nicht verformbar, eckig oder rund mit geringem Längen-Breiten-Verhältnis, schwarz oder bläulich, zufällig verteilte Partikel

DS globulare Einzeleinschlüsse: rund (oder fast rund), einzelne Partikel mit einem Durchmesser größer  $13 \mu\text{m}$

Für weitere Angaben sei hier auf ISO 4967:1998 verwiesen.

**Tabelle 4-3: 18CrNiMo7-6, nichtmetallische Einschlüsse ermittelt nach Methode A**

| Entnahmepos. | Einschlussgruppen |      |      |      |      |      |      |      | DS    |
|--------------|-------------------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
|              | A                 |      | B    |      | C    |      | D    |      |       |
|              | fein              | dick | fein | dick | fein | dick | fein | dick |       |
| 1. Links     | -                 | -    | B0.5 | B0.5 | C0.5 | -    | D1   | D0.5 | -     |
| 1. Rechts    | -                 | -    | B0.5 | -    | -    | -    | D1   | D0.5 | -     |
| 3. Oben      | -                 | -    | B0.5 | B0.5 | -    | -    | D1   | D0.5 | -     |
| 3. Unten     | -                 | -    | B0.5 | B0.5 | C0.5 | -    | D0.5 | D0.5 | -     |
| 4. Oben      | -                 | -    | B0.5 | B0.5 | -    | -    | D0.5 | -    | DS0.5 |
| 4. Unten     | -                 | -    | B1   | B0.5 | C0.5 | -    | D0.5 | D0.5 | DS0.5 |

**Tabelle 4-4: 18CrNiMo7-6, geringster Gehalt nichtmetallischer Einschlüsse ermittelt nach Methode B**

| Index                 | Wichtungs-<br>faktor | Einschlussgruppen (Anzahl pro Gruppe) |      |      |      |      |      |      |      | DS   |
|-----------------------|----------------------|---------------------------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|
|                       |                      | A                                     |      | B    |      | C    |      | D    |      |      |
|                       |                      | fein                                  | dick | fein | dick | fein | dick | fein | dick |      |
| 0,5                   | 0,05                 | 0                                     | 0    | 8    | 2    | 0    | 0    | 11   | 0    | 1    |
| 1 bis 3               | 0,1                  | 0                                     | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    |
| i <sub>tot</sub> =    |                      |                                       |      | 4    | 1    |      |      | 5,5  |      | 0,5  |
| i <sub>mittel</sub> = |                      |                                       |      | 0,01 | 0,00 |      |      | 0,01 |      | 0,00 |
| Reinheitsgrad C :     |                      | 5 (bezogen auf 1000 mm <sup>2</sup> ) |      |      |      |      |      |      |      |      |

**Tabelle 4-5: 18CrNiMo7-6, Höchster Gehalt nichtmetallischer Einschlüsse nach Methode B, 3. Oben**

| Index                 | Wichtungs-<br>faktor | Einschlussgruppen (Anzahl pro Gruppe)  |      |      |      |      |      |      |      | DS |
|-----------------------|----------------------|--|------|------|------|------|------|------|------|----|
|                       |                      | A                                      |      | B    |      | C    |      | D    |      |    |
|                       |                      | fein                                   | dick | fein | dick | fein | dick | fein | dick |    |
| 0,5                   | 0,05                 | 0                                      | 0    | 18   | 1    | 0    | 0    | 155  | 2    | 0  |
| 1                     | 0,1                  | 0                                      | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 14   | 0    | 0  |
| 1,5 bsi 3             | 0,2                  | 0                                      | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0  |
| i <sub>tot</sub> =    |                      |  |      | 9    | 0,5  |      |      | 91,5 | 1    |    |
| i <sub>mittel</sub> = |                      |  |      | 0,02 | 0,00 |      |      | 0,20 | 0,00 |    |
| Reinheitsgrad C :     |                      | 45 (bezogen auf 1000 mm <sup>2</sup> ) |      |      |      |      |      |      |      |    |



**Abbildung 27: 18CrNiMo7-6, Schliffbild, ungeätzt - größter Einschluss**

Die Prüfungen des Reinheitsgrads nach DIN 50602 ergaben, bis auf einen Ausnahmefall an Scheibe 3 unten, K3 und K4 = 0 für den 18CrNiMo7-6. Bei diesem Ausnahmefall handelte es sich um den Einschluss aus Abbildung 27.

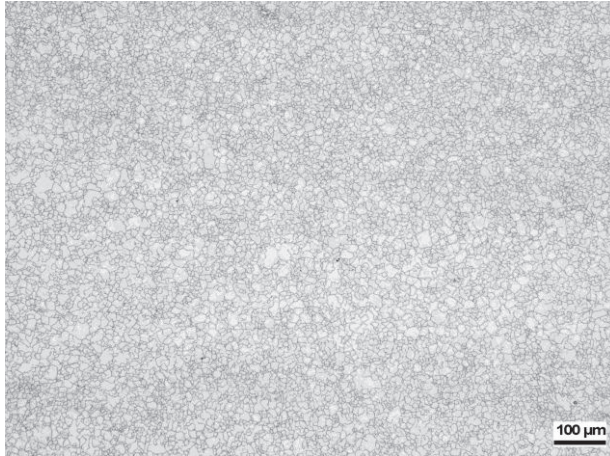
**Tabelle 4-6: 18CrNiMo7-6, Reinheitsgrad nach DIN 50602**

| Größenkennziffer                     |      |     |     |     |   |   |   |    |    | S  | O    |
|--------------------------------------|------|-----|-----|-----|---|---|---|----|----|----|------|
| Typ                                  | 0    | 1   | 2   | 3   | 4 | 5 | 6 | 7  | 8  |    |      |
|                                      | 0,05 | 0,1 | 0,2 | 0,5 | 1 | 2 | 5 | 10 | 20 |    |      |
| SS                                   |      |     |     |     |   |   |   |    |    | 0  |      |
| OA                                   |      |     |     |     |   | 1 |   |    |    |    | 2    |
| OS                                   |      |     |     |     |   |   |   |    |    |    | 0    |
| OG                                   |      |     |     |     |   |   |   |    |    |    | 0    |
| Summenkennwert (norm. auf 1000 mm²): |      |     |     |     |   |   |   |    |    | 0  | 2    |
| Gesamtsummenkennwert                 |      |     |     |     |   |   |   |    |    | K4 | 5,30 |

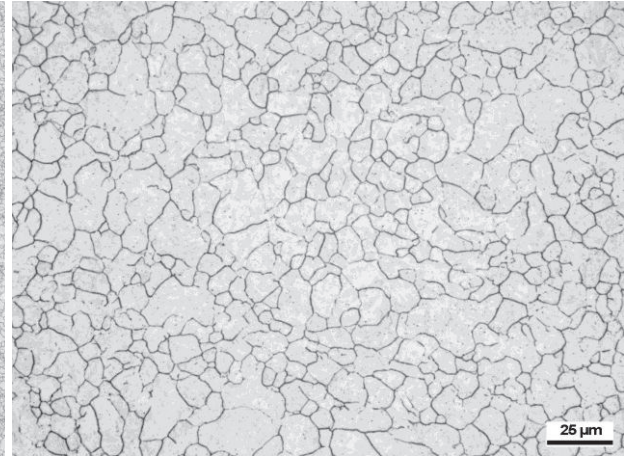
#### 4.1.1.5 Feinkornbeständigkeit

Die folgenden Diagramme und Abbildungen zeigen die Analyseergebnisse des 18CrNiMo7-6 nach Glühbehandlungen bei 940 °C, 1050 °C und 1100 °C für 2 Stunden und 47 Minuten (siehe 4.5.1.1 Feinkornbeständigkeit) mit anschließender Schliffpräparation und Anätzen der ehemaligen Austenitkorngrenzen.

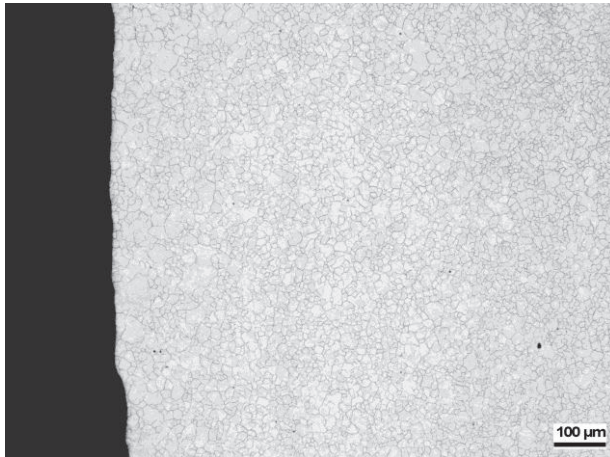
Der Werkstoff zeigte bis 1050 °C beanstandungslose Feinkornbeständigkeit. Wie Abbildung 28 bis Abbildung 33 entnommen werden kann, bildete sich im Kern bei Temperaturen von 1100 °C Mischkorn und im Randbereich Grobkorn aus. Die kumulierte Korngrößenverteilung ist in Abbildung 34 dargestellt. Es ist deutlich erkennbar, dass auch bei 1100 °C nur geringe Anteile des Gefüges eine Korngröße größer 5 aufweisen.



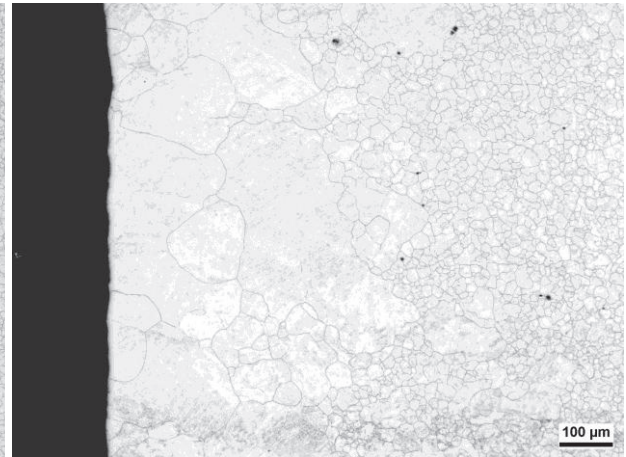
**Abbildung 28: 18CrNiMo7-6 nach Glühbehandlung bei 940 °C für 2 h 47 min**



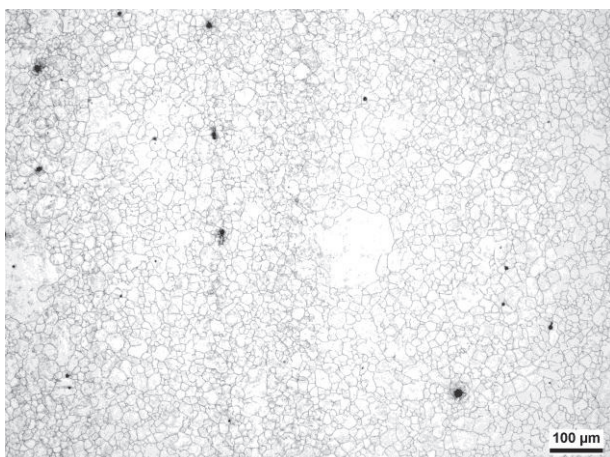
**Abbildung 29: 18CrNiMo7-6 nach Glühbehandlung bei 940 °C für 2 h 47 min**



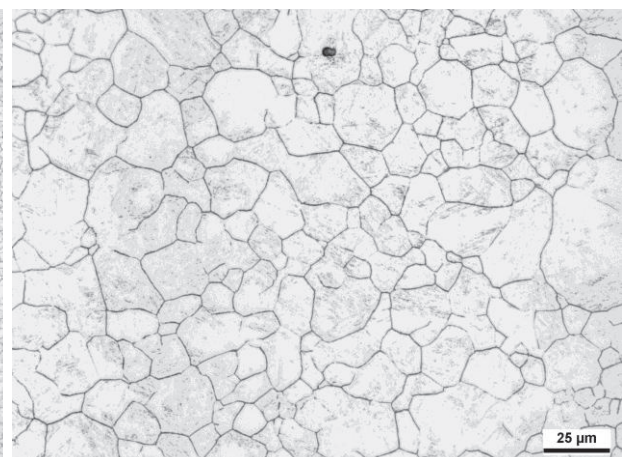
**Abbildung 30: 18CrNiMo7-6 nach Glühbehandlung bei 1050 °C für 2 h 47 min**



**Abbildung 31: 18CrNiMo7-6 nach Glühbehandlung bei 1100 °C für 2 h 47 min**



**Abbildung 32: 18CrNiMo7-6 nach Glühbehandlung bei 1100 °C für 2 h 47 min**



**Abbildung 33: 18CrNiMo7-6 nach Glühbehandlung bei 1100 °C für 2 h 47 min**

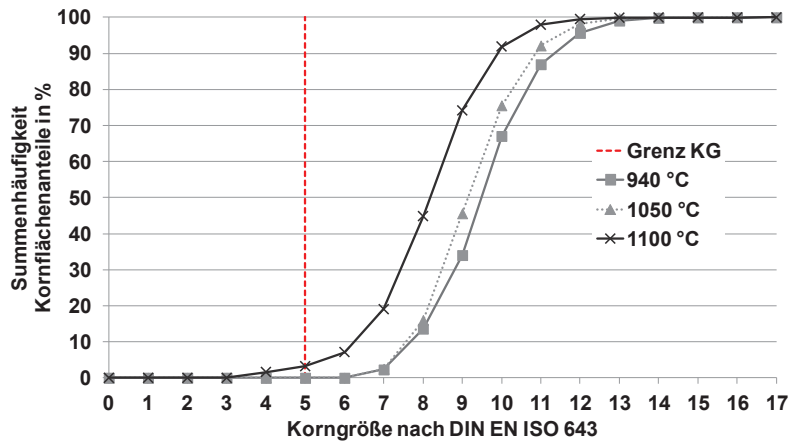


Abbildung 34: 18CrNiMo7-6, Summenkurve der Korngröße nach unterschiedlichen Blindwärmehandlungen für 2 h 47 min.

#### 4.1.2 20CrMo4

Der 20CrMo4 war ein Erzeugnis der Deutschen Edelstahlwerke. Es handelte sich um einen Strangguss aus dem Werk Siegen mit 265 mm x 265 mm Querschnitt. Der Stranggussriegel wurde bei Temperaturen über 1200 °C auf den Halbzeugdurchmesser 115 mm gebracht und anschließend vorvergütet.

##### 4.1.2.1 Chemische Analyse

Die Analyse des 20CrMo4 ergab eine gegenüber der Norm modifizierte Zusammensetzung (Tabelle 4-7). Hierbei sind der Schwefel- und Mangangehalt leicht erhöht. Die maßgeblich feinkornstabilisierenden Elemente sind in Tabelle 4-8 angegeben. Bis auf einen leicht geringeren Titangehalt werden die in der Literatur von Hippenstiel in [\[Hip05b\]](#) als optimal angesehenen Gehalte eingehalten.

**Tabelle 4-7: 20CrMo4, Chemische Analyse (Grenzwerte nach SEL 2004)**

| Element [Ma.-%]     | Kohlenstoff | Mangan    | Chrom       | Silizium | Schwefel | Phosphor | Molybdän    |
|---------------------|-------------|-----------|-------------|----------|----------|----------|-------------|
| <b>Min. - Max.</b>  | 0,17 - 0,23 | 0,6 – 0,9 | 1,00 - 1,30 | -0,40    | -0,015   | -0,025   | 0,15 - 0,25 |
| <b>Mittelwert</b>   | 0,208       | 1,001     | 0,940       | 0,172    | 0,019    | 0,015    | 0,205       |
| <b>Standardabw.</b> | 0,008       | 0,011     | 0,006       | 0,002    | 0,001    | 0,001    | 0,002       |

**Tabelle 4-8: 20CrMo4, Chemische Analyse der maßgeblich feinkornstabilisierenden Elemente**

| Stickstoff [ppm]            |       |      |        | Aluminium [ppm]             |       |      |        |
|-----------------------------|-------|------|--------|-----------------------------|-------|------|--------|
| geplant: 130-155 ppm        |       |      |        | geplant: 200-240 ppm        |       |      |        |
| Scheibenpos.<br>Stangenpos. | links | Kern | rechts | Scheibenpos.<br>Stangenpos. | links | Kern | rechts |
| 1. Scheibe                  | 138   | 127  | 133    | 1. Scheibe                  | 215   | 212  | 213    |
| 2. Scheibe                  | 130   | 127  | 133    | 2. Scheibe                  | 214   | 213  | 213    |
| 3. Scheibe                  | 137   | 125  | 131    | 3. Scheibe                  | 215   | 216  | 210    |

| Titan [ppm]                 |       |      |        | Niob [ppm]                  |       |      |        |
|-----------------------------|-------|------|--------|-----------------------------|-------|------|--------|
| geplant: 80-100 ppm         |       |      |        | geplant: 320-360 ppm        |       |      |        |
| Scheibenpos.<br>Stangenpos. | links | Kern | rechts | Scheibenpos.<br>Stangenpos. | links | Kern | rechts |
| 1. Scheibe                  | 52    | 46   | 53     | 1. Scheibe                  | 351   | 301  | 350    |
| 2. Scheibe                  | 52    | 50   | 50     | 2. Scheibe                  | 344   | 318  | 329    |
| 3. Scheibe                  | 54    | 55   | 54     | 3. Scheibe                  | 359   | 364  | 362    |

##### 4.1.2.2 Härbarkeit

Die Härbarkeit des 20CrMo4 fällt unter das angestrebte HH Band. Dies ist den gegenüber einem 20MnCr5 geringen Gehalten an Chrom und Mangan geschuldet (siehe 4.1.2.1). Die folgenden Abbildungen zeigt die gemittelten Ergebnisse von Stirnabschreckversuchen angelehnt an DIN EN ISO 642.



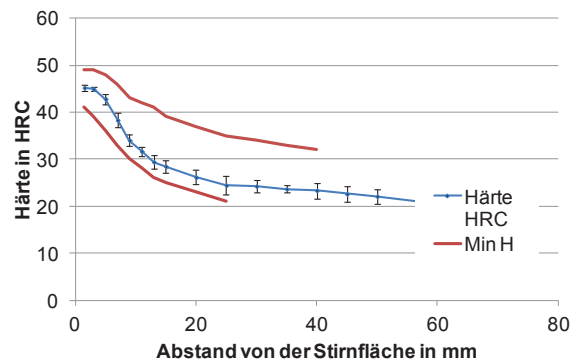


Abbildung 35: 20CrMo4, Ergebnis der Härtebarkeit (Mittelwert aus 4 Proben)

#### 4.1.2.3 Gefüge

Das Gefüge des 20CrMo4 im Lieferzustand war ferritisch-perlitisch mit Anteilen eingeformten Zementits in den Perlitbereichen (siehe Abbildung 36 ff.).



Abbildung 36: 20CrMo4, Längsschliff



Abbildung 37: 20CrMo4, Längsschliff

#### 4.1.2.4 Reinheitsgrad

Der Reinheitsgrad wurde zunächst nach ISO 4967 bestimmt. Die folgenden Tabellen zeigen eine Zusammenfassung der Ergebnisse der Untersuchungsmethoden A und B.

Einschlussgruppen:

A Sulfide: leicht verformbar, einzelne graue Partikel mit einer großen Spanne im Längen-Breiten-Verhältnis

B Aluminide: zahlreiche nichtverformbare, eckige Partikel mit geringem Längen-Breiten-Verhältnis ( $< 3$ ). Schwarz oder bläulich, aufgereiht in Deformationsrichtung (mindestens 3)

C Silikate: leicht verformbar, einzelne schwarze oder dunkelgraue Partikel mit einer großen Spanne im Längen-Breiten-Verhältnis (generell  $> 3$ ) und allgemein scharfen Enden

D globulare Oxide: nicht verformbar, eckig oder rund mit geringem Längen-Breiten-Verhältnis, schwarz oder bläulich, zufällig verteilte Partikel

DS globulare Einzeleinschlüsse: rund (oder fast rund), einzelne Partikel mit einem Durchmesser größer 13 µm. Für weitere Angaben sei hier auf ISO 4967:1998 verwiesen.

Tabelle 4-9: 20CrMo4, nichtmetallische Einschlüsse ermittelt nach Methode A

| Entnahmeposition | Einschlussgruppen |      |      |      |      |      |      |      |       |
|------------------|-------------------|------|------|------|------|------|------|------|-------|
|                  | A                 |      | B    |      | C    |      | D    |      | DS    |
|                  | fein              | dick | fein | dick | fein | dick | fein | dick |       |
| Anfang Links     | A2.5              | A1   | -    | -    | C0.5 | -    | D0.5 | -    | DS0.5 |
| Mitte Links      | A2                | A1   | B0.5 | B1.5 | -    | -    | D1   | D0.5 | DS1   |
| Ende Links       | A2                | A1.5 | B0.5 | -    | -    | -    | D0.5 | -    | -     |
| Anfang Rechts    | A2.5              | A1.5 | B0.5 | B1   | -    | -    | D1   | D0.5 | -     |
| Mitte Rechts     | A2                | A1   | B0.5 | B0.5 | -    | -    | D1   | D0.5 | DS0.5 |
| Ende Rechts      | A2                | A1   | B0.5 | B1   | -    | -    | D1   | D0.5 | DS0.5 |

Tabelle 4-10: 20CrMo4, höchster Gehalt nichtmetallische Einschlüsse ermittelt nach Methode B, Mitte Rechts

| Index                 | Wichtungsfaktor | Einschlussgruppen (Anzahl pro Gruppe)   |      |      |      |      |      |      |      |      |
|-----------------------|-----------------|---|------|------|------|------|------|------|------|------|
|                       |                 | A                                       |      | B    |      | C    |      | D    |      | DS   |
|                       |                 | fein                                    | dick | fein | dick | fein | dick | fein | dick |      |
| 0,5                   | 0,05            | 198                                     | 59   | 6    | 1    | 0    | 0    | 84   | 7    | 3    |
| 1                     | 0,1             | 174                                     | 3    | 0    | 0    | 0    | 0    | 11   | 0    | 0    |
| 1,5                   | 0,2             | 32                                      | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    |
| 2                     | 0,5             | 4                                       | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    |
| 2,5                   | 1               | 0                                       | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    |
| 3                     | 2               | 0                                       | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    |
| $i_{\text{tot}} =$    |                 | 329                                     | 32,5 | 3    | 0,5  |      |      | 53   | 3,5  | 1,5  |
| $i_{\text{mittel}} =$ |                 | 0,73                                    | 0,07 | 0,01 | 0,00 |      |      | 0,12 | 0,01 | 0,00 |
| Reinheitsgrad C :     |                 | 199 (bezogen auf 1000 mm <sup>2</sup> ) |      |      |      |      |      |      |      |      |

Tabelle 4-11: 20CrMo4, Geringster Gehalt nichtmetallische Einschlüsse ermittelt nach Methode B, Mitte Links

| Index                 | Wichtungsfaktor | Einschlussgruppen (Anzahl pro Gruppe)   |      |      |      |      |      |      |      |    |
|-----------------------|-----------------|---|------|------|------|------|------|------|------|----|
|                       |                 | A                                       |      | B    |      | C    |      | D    |      | DS |
|                       |                 | fein                                    | dick | fein | dick | fein | dick | fein | dick |    |
| 0,5                   | 0,05            | 181                                     | 57   | 14   | 0    | 0    | 0    | 51   | 0    | 0  |
| 1                     | 0,1             | 194                                     | 12   | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0  |
| 1,5                   | 0,2             | 23                                      | 1    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0  |
| 2                     | 0,5             | 2                                       | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0  |
| 2,5                   | 1               | 0                                       | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0  |
| 3                     | 2               | 0                                       | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0    | 0  |
| $i_{\text{tot}} =$    |                 | 323                                     | 42   | 7    |      |      |      | 25,5 |      |    |
| $i_{\text{mittel}} =$ |                 | 0,72                                    | 0,09 | 0,02 |      |      |      | 0,06 |      |    |
| Reinheitsgrad C :     |                 | 183 (bezogen auf 1000 mm <sup>2</sup> ) |      |      |      |      |      |      |      |    |



Abbildung 38: 20CrMo4, Schliffbild, ungeätzt

Die Analyseergebnisse nach DIN 50602 sind in den folgenden Tabellen angegeben. Der sulfidische Reinheitsgrad K3 ist in keinem der in der Analyse untersuchten Abschnitte gleich Null. Oxide wurden in zwei Fällen in der Größe K3 gefunden.

Tabelle 4-12: 20CrMo4, Reinheitsgrad K3, Scheibe 1 links

| Typ   | Größenkennziffer |     |     |     |   |   |   |    |    |  | S     | O    |
|---|------------------|-----|-----|-----|---|---|---|----|----|--|-------|------|
|   | 0                | 1   | 2   | 3   | 4 | 5 | 6 | 7  | 8  |  |       |      |
|   | 0,05             | 0,1 | 0,2 | 0,5 | 1 | 2 | 5 | 10 | 20 |  |       |      |
| SS  |                  |     |     | 16  | 2 |   |   |    |    |  | 10    |      |
| OA  |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  |       | 0    |
| OS  |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  |       | 0    |
| OG  |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  |       | 0    |
| Summenkennwert (norm. auf 1000 mm <sup>2</sup> ): |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  | 10    | 0    |
|   |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  | 25,40 | 0,00 |

Gesamtsummenkennwert:

K3 25

Tabelle 4-13: 20CrMo4, Reinheitsgrad K3, Scheibe 2 rechts

| Typ   | Größenkennziffer |     |     |     |   |   |   |    |    |  | S     | O    |
|---|------------------|-----|-----|-----|---|---|---|----|----|--|-------|------|
|   | 0                | 1   | 2   | 3   | 4 | 5 | 6 | 7  | 8  |  |       |      |
|   | 0,05             | 0,1 | 0,2 | 0,5 | 1 | 2 | 5 | 10 | 20 |  |       |      |
| SS  |                  |     |     | 13  |   |   |   |    |    |  | 6,5   |      |
| OA  |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  |       | 0    |
| OS  |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  |       | 0    |
| OG  |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  |       | 0    |
| Summenkennwert (norm. auf 1000 mm <sup>2</sup> ): |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  | 6,5   | 0    |
| Gesamtsummenkennwert:                             |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  | 16,04 | 0,00 |
|   |                  |     |     |     |   |   |   |    |    |  | K3    | 16   |

#### 4.1.2.5 Feinkornbeständigkeit

Die folgenden Abbildungen zeigen die Analyseergebnisse des 20CrMo4 nach Glühbehandlungen bei 940 °C, 1050 °C und 1100 °C für 2 Stunden und 47 Minuten (siehe 4.5.1.1 Fein-



kornbeständigkeit) mit anschließender Schliffpräparation und Anätzen der ehemaligen Austenitkorngrenzen (Abbildung 39 ff.). Im Lieferzustand bildete sich schon bei 1050 °C unzulässiges Grobkorn aus (Abbildung 41). Die chemische Analyse (4.1.2.1) ließ allerdings eine bessere Feinkornbeständigkeit erwarten. Aus diesem Grund wurden verschiedene Vorwärmebehandlungen durchgeführt, um einen möglicherweise günstigeren Ausscheidungszustand der die Feinkornbeständigkeit maßgeblich beeinflussenden Legierungselemente zu erreichen. Diese Ergebnisse enthält Kapitel 5.3.1.

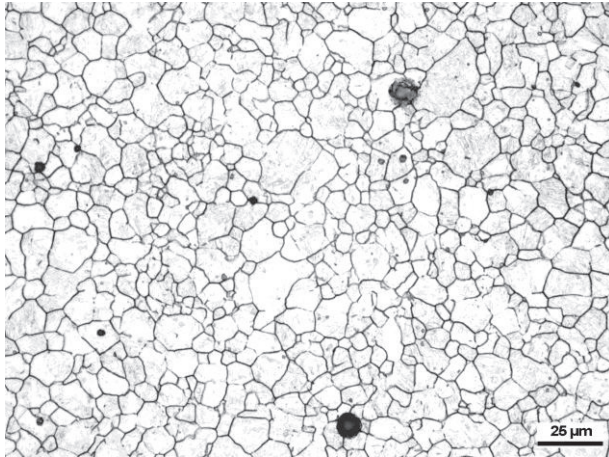


Abbildung 39: 20CrMo4 nach Glühbehandlung bei 940 °C für 2 h 47 min

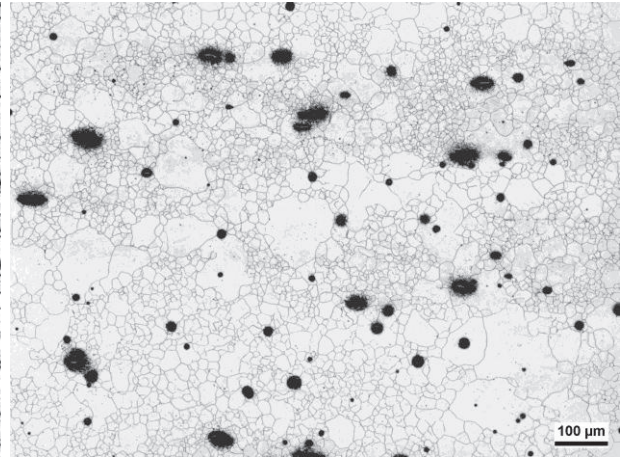


Abbildung 40: 20CrMo4 nach Glühbehandlung bei 1050 °C für 2 h 47 min

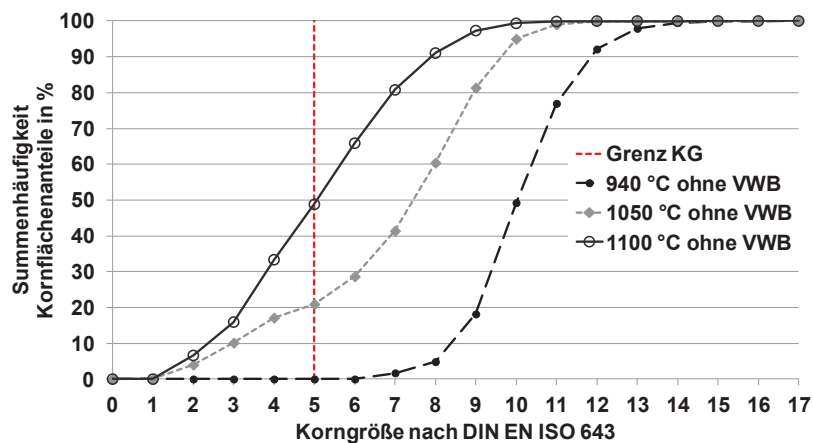


Abbildung 41: 20CrMo4, Summenkurve der Korngröße nach Blindwärmebehandlung mit 940 °C, 1050 °C, 1100 °C für 2 h 47 min

### 4.1.3 20MoCrS4

Der 20MoCrS4 wurde für die Zahnraduntersuchungen ersatzweise in das Versuchsprogramm aufgenommen, da der Halbzeugdurchmesser des 20CrMo4 für die Zahnräder mit 24 Zähnen in Modul 5 zu klein war.

#### 4.1.3.1 Chemische Analyse

Die chemische Analyse des 20MoCrS4 ergab, abgesehen von einem erhöhten Molybdängehalt, keine Abweichungen von der in der SEL von 2004 vorgegebenen Zusammensetzung.

Tabelle 4-14: 20MoCrS4, chemische Analyse (Grenzwerte nach SEL 2004)

| Element [Ma.-%] | Kohlenstoff | Mangan    | Chrom     | Silizium | Schwefel   | Phosphor | Molybdän    |
|-----------------|-------------|-----------|-----------|----------|------------|----------|-------------|
| Min. - Max.     | 0,17 - 0,23 | 0,7 – 1,0 | 0,3 - 0,6 | -0,40    | -0,04      | -0,025   | 0,15 - 0,25 |
| Mittelwert      | 0,22        | 0,84      | 0,389     | 0,209    | 0,035      | 0,012    | 0,434       |
| Element [Ma.-%] | Aluminium   | Nickel    | Kupfer    | Kobalt   | Stickstoff |          |             |
| Min. - Max.     | -           | -         | -         | -        | -          |          |             |
| Mittelwert      | 0,02        | 0,137     | 0,15      | 0,011    | 0,0117     |          |             |

#### 4.1.3.2 Härbarkeit

Aufgrund der geringen Legierungselementgehalte war die Einhärbarkeit des 20MoCrS4 gegenüber den anderen in dieser Arbeit betrachteten Werkstoffen geringer. Sie lag im H-Band der Norm. Abbildung 42 zeigt den Mittelwert von 8 Messungen angelehnt an DIN EN ISO 642.

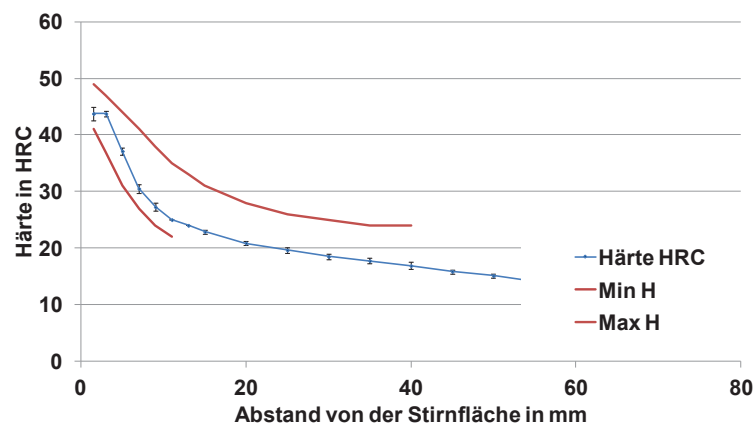
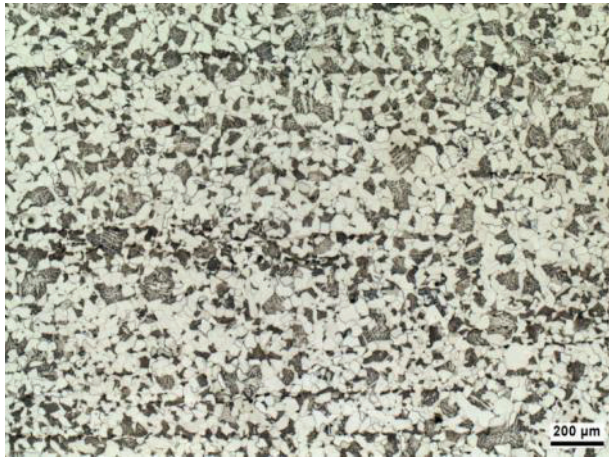


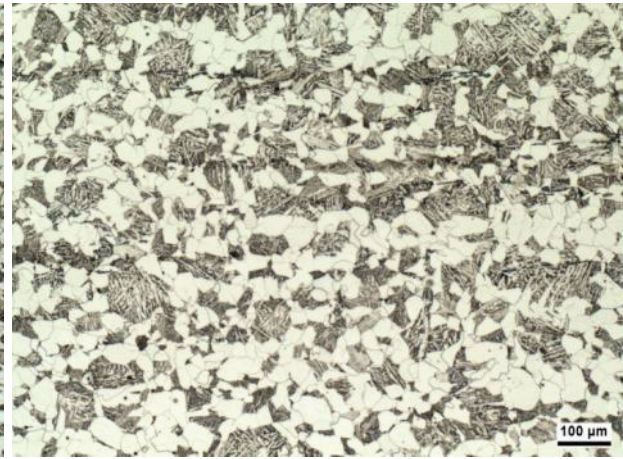
Abbildung 42: 20MoCrS4, Härbarkeit, Mittelwert aus 8 Messungen

#### 4.1.3.3 Gefüge

Der Werkstoff wurde in FP-geglühtem Zustand angeliefert. Er wies leichte Zeiligkeit auf, die im Randbereich stärker ausgeprägt war als im Kernbereich. Zudem sind im ungeätzten Querschliff gestreckte Mangansulfide erkennbar (Abbildung 43).



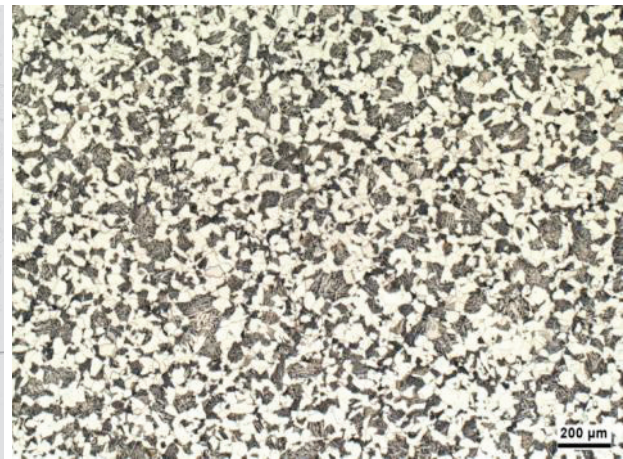
Längsschliff Kern, geätzt



Längsschliff Kern, geätzt



Längsschliff, Beispielbereich, ungeätzt



Querschliff, Kern, geätzt

**Abbildung 43: 20MoCrS4, Schliffbilder des Gefüges in Lieferzustand**

#### 4.1.3.4 Reinheitsgrad

Der Reinheitsgrad des 20MoCrS4 wurde nach DIN 50602 ermittelt. Wie Tabelle 4-15 entnommen werden kann, lag der Reinheitsgrad K3 im Randbereich bei null während im Kernbereich an den Analysestellen Anfang (1. von 3) und Ende (3. von 3) der Halbzeuge Einschlüsse der resultierenden Wertzahl K3 von 25 enthalten waren.

**Tabelle 4-15: 20MoCrS4, Reinheitsgrad nach DIN 50602**

|                    | 1. Scheibe | 2. Scheibe | 3. Scheibe |
|--------------------|------------|------------|------------|
| <b>K4 - Kern</b>   | 10         | 1          | 3          |
| <b>K4 - Rand</b>   | 1          | 0,00       | 0          |
| <b>K4 - Gesamt</b> | 5          | 0,00       | 0          |
| <b>K3 - Kern</b>   | 25         | 0          | 25         |
| <b>K3 - Rand</b>   | 0          | 0          | 0          |



#### 4.1.3.5 Feinkornbeständigkeit

Die folgenden Abbildungen zeigen die Analyseergebnisse des 20MoCrS4 nach Glühbehandlungen bei 940 °C, 1050 °C und 1100 °C für 2 Stunden und 47 Minuten (siehe 4.5.1.1 Feinkornbeständigkeit) mit anschließender Schliiffpräparation und Anätzen der ehemaligen Austenitkorngrenzen (Abbildung 44, Abbildung 45). Da es sich bei dem Stahl nicht um eine feinkornstabilisierte Schmelze handelte, traten bei 1100 °C Behandlungstemperatur nach 2 h 47 min unzulässig hohe Anteile Grobkorn im Gefüge auf (siehe Abbildung 46).

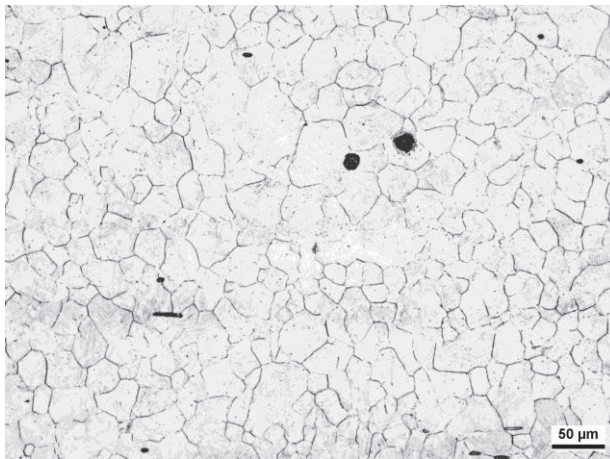


Abbildung 44: 20MoCrS4 nach Glühbehandlung bei 940 °C für 2 h 47 min

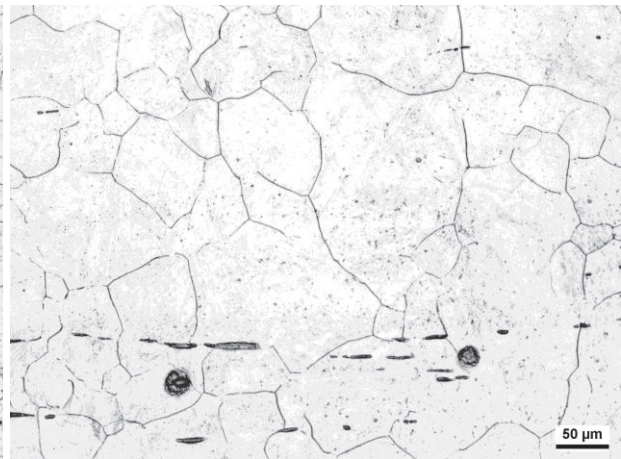


Abbildung 45: 20MoCrS4 nach Glühbehandlung bei 1050 °C für 2 h 47 min

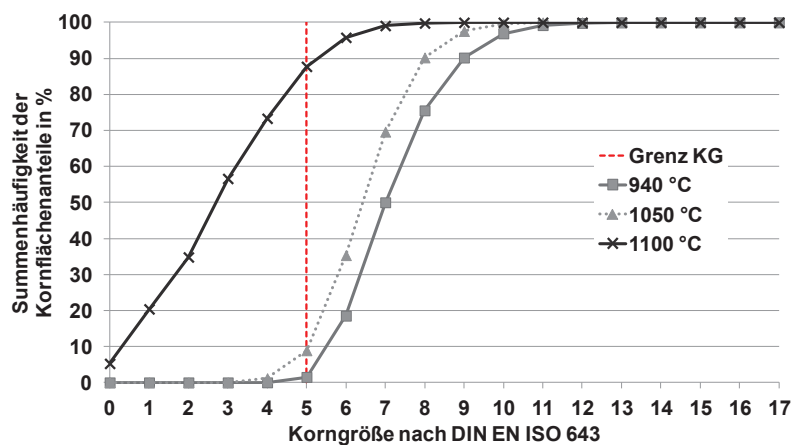


Abbildung 46: 20MoCrS4, Summenkurve der Korngröße nach Blindwärmebehandlung mit 940 °C, 1050 °C, 1100 °C für 2h 47 min

## 4.2 Probengeometrie und Herstellung

### 4.2.1 Couponproben

Die Scheiben-/Couponproben wurden nach erfolgter chemischer Analyse allen Werkstoffen so entnommen, dass der Halbzeug-Randbereich mit einer Breite von 10 mm und der Kernbereich mit einem Mindestdurchmesser von 35 mm nicht verwendet wurden.

Die Proben hatten eine Dicke von 10 mm und einen Durchmesser von 30 mm. Alle Proben wurden nach hauseigener Nomenklatur bezeichnet und die Kreisflächen geschliffen.

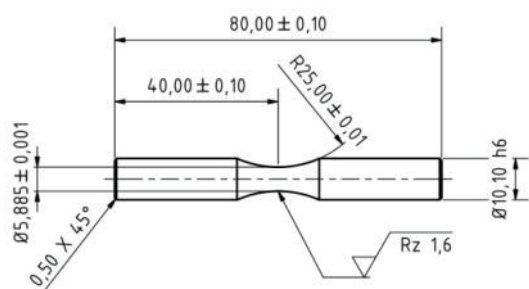
### 4.2.2 Thermowaageproben

Die Thermowaageproben hatten einen Durchmesser von 15 mm und eine Dicke von 6 mm. Sie wurden ebenfalls so entnommen, dass der Kernbereich mit mindesten 35 mm Durchmesser sowie ein 10 mm breiter Randbereich der Halbzeuge nicht verwendet wurde. Alle Proben wurden nach Nomenklatur eindeutig bezeichnet (ebenfalls geschliffen).

### 4.2.3 Umlaufbiegeproben

Die Umlaufbiegeproben wurden nach den in Abbildung 47 angegebenen Maßen gefertigt. Diese Geometrie wurde in verschiedenen Forschungsvorhaben bereits verwendet.

Die Entnahme erfolgte so, dass der Kernbereich mit mindesten 35 mm Durchmesser und ein



**Abbildung 47: Ausschnitt der Fertigungszeichnung für die Umlaufbiegeproben**

Randbereich von mindestens 10 mm Dicke der Halbzeuge nicht verwendet wurde.

Der Prüfradius wurde vor der Wärmebehandlung geschliffen. Diese Oberfläche wurde ohne nachträgliches Schleifen in den Lebensdaueruntersuchungen eingesetzt. Der Schleifprozess ergab nach taktiler Prüfung mit einem Hommel-Tester T4000 Oberflächenwerte von  $Ra = 0,38 \mu m - 0,44 \mu m$  und  $Rz = 2,66 \mu m - 2,99 \mu m$ .

Für die Untersuchungen zur Auswirkung einer Voroxidation auf die Schwingfestigkeit wurden die Proben im Prüfquerschnitt auf 5,2 mm geschliffen und anschließend poliert.

Um möglichen Verzug nach der Wärmebehandlung beseitigen zu können, wurden die Proben im Aufmaß an den Aufnahmen wärmebehandelt. Diese wurden vor der Lebensdaueruntersuchung nachträglich auf Endmaß geschliffen.

#### 4.2.4 Zahnräder

Es wurden Zahnräder des Moduls 5 mit 24 Zähnen in Standardreferenzgeometrie der FZG mit den in Tabelle 4-16 enthalten Verzahnungsdaten hergestellt. Der Wälzfräsprozess erfolgte in der Hauptabteilung Fertigungstechnik des IWT. Die Pulsatorversuche der Zahnräder fanden im ungeschliffenen Zustand statt.

Für die Berechnung der Zahnfuß-Nennspannung ist die vorige Bestimmung der Spannungskorrekturfaktoren  $Y_S$  und  $Y_F$  erforderlich. In dieser Arbeit erfolgte die Berechnung mit Hilfe der Software Hexagon und Modul ZAR1. Während Stenico in seiner Dissertation eine in der Praxis gängige Korrektur dieser Parameter anhand einer real gemessenen Zahnkontur vornahm, wurde hier darauf verzichtet [Ste07]. Daraus folgt eine Abweichung der berechneten Spannungen zu denen in anderen Veröffentlichungen, z. B. von Stenico. Die Ergebnisse werden in einer Gegenüberstellung zu einer Referenzvariante bewertet, wodurch ein Vergleich der Pulsatorkräfte ausreichend ist. Die daraus resultierenden Zahnfuß-Nennspannungen sind in den entsprechenden Diagrammen jeweils als primäre Ordinatenachse angegeben und mit den in 4.2.4 angegebenen Faktoren berechnet. Der Vergleich über die Pulsatorkräfte bietet zudem den Vorteil, dass Unterschiede zu anderen Autoren in den berechneten Korrekturfaktoren nicht ins Gewicht fallen.

Tabelle 4-16: Verzahnungsdaten

| Benennung, Zeichen  | Einheit |    |
|---|---------|----|
| Modul $m_n$   | 5       | mm |
| Zähnezahl $z$   | 24      | -  |
| Zahnbreite $b$  | 30      | mm |
| Normaleingriffswinkel $\alpha_n$  | 20      | °  |
| Schrägungswinkel $\beta$  | 0       | °  |
| Profilverschiebungsfaktor $x$   | 0,486   | -  |
| Grundkreisdurchmesser $d_b$   | 112,763 | mm |
| Teilkreisdurchmesser $d$  | 120     | mm |
| Kopfkreisdurchmesser $d_a$  | 133,6   | mm |
| bez. Zahndickensehne $s_{Fn}/m_n$                                       | 2,185   | -  |
| bez. Fußrundungsradius im Berührungspunkt der 30°-Tangente $\rho_F/m_n$ | 0,437   | -  |
| Kerbparameter $q_s$   | 2,5     | -  |
| Zahnweite über 4 Zähne $W_4$  | 55,005  | mm |
| Werkzeugkopfhöhenfaktor $h_{aP0}/m_n$                                   | 1,516   | -  |
| Werkzeugkopfabrundungsfaktor $\rho_{aP0}/m_n$                           | 0,3     | -  |
| Protuberanzbetrag $pr_0$  | 0,26    | mm |
| Fußkreisdurchmesser   | 109,71  | mm |
| Spannungskorrekturfaktor $Y_S$  | 1,92    | -  |
| Formfaktor $Y_F$  | 1,77    | -  |
| Schrägenfaktor (Zahnfuß) $Y_\beta$                                      | 1       | -  |

## 4.3 Anlagen und Analysemethoden

### 4.3.1 Niederdruck-Zweikammeranlage – Ipsen RVTC

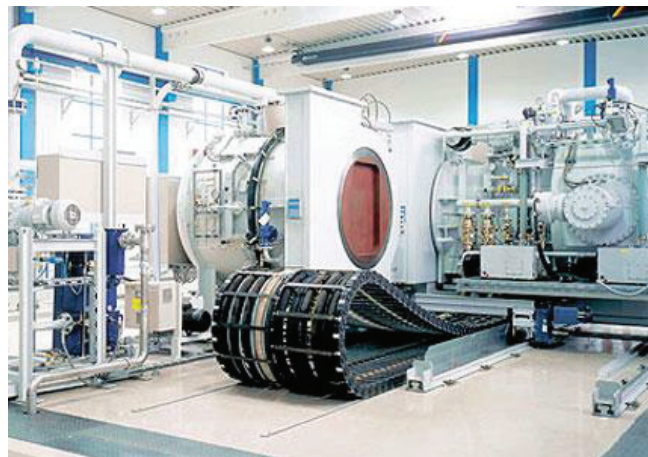
Die Verifizierungsversuche sowie die Wärmebehandlung der Umlaufbiegeproben erfolgten in einer Niederdruck-Zweikammeranlage mit Hochdruckgasabschreckung, Ipsen, Bauart RVTC (Abbildung 48). Die Anlage verfügt über ein Chargenvolumen von 600 mm x 400 mm x 400 mm für maximal 180 kg Beladung. Es sind Wärmebehandlungen mit Temperaturen von  $T_{\max} = 1300^{\circ}\text{C}$  möglich, die mit einer Gasabschreckung mit Stickstoff mit bis zu 10 bar oder mit Helium bis zu 18 bar beendet werden können. Im Zuge einer Umrüstung ist diese Anlage mit einer Ammoniakversorgung und Ammoniak beständigen Bauteilen versehen worden, sodass sie für Niederdruck-Carbonitrierprozesse eingesetzt werden kann.



**Abbildung 48: Niederdruck-Zweikammeranlage mit Hochdruckgasabschreckung – Ipsen RVTC**

### 4.3.2 Niederdruck-Mehrkammeranlage – ALD ModulTherm

Die optimierten Zahnradvarianten wurden in einer ModulTherm, Hersteller ALD, wärmebehandelt. Die Anlage ist Eigentum der Wegener Härtetechnik GmbH in Homburg (Saar). Hierin kann eine Charge von bis zu 1000 kg und Abmessungen von 600 x 750 x 1000 mm aufgenommen werden. Die Nenntemperatur beträgt bis zu  $1250^{\circ}\text{C}$ . Die Anlage zeichnet sich durch eine modulare Bauweise aus, die aus 6 unabhängigen Behandlungskammern und



**Abbildung 49: Niederdruck-(Mehr)kammeranlage – ModulTherm der Wegener Härtetechnik GmbH in Homburg (Saar)**

einer verfahrbaren Hochdruckgas-Abschreckkammer besteht. Die Evakuierung wird über ein gemeinsames Rail aller Behandlungskammern durchgeführt, worüber ein minimaler Prozessdruck von 10 mbar erreicht wird. Das Abschrecken kann mit Stickstoff oder Helium von bis zu 20 bar Druck bei reversierendem Gasstrom durchgeführt werden.



#### 4.3.3 Plasmanitrieranlage Rohde PGN



Abbildung 50: Anlage für die gezielte Voroxidation, Rohde PGN

Für die gezielte Voroxidation der betreffenden Proben wurde ein Ofen, Hersteller Rohde, Bauart PGN eingesetzt. Dieser Ofen ist mit einer Sauerstoffsonde ausgestattet, die für die Regelung der Ofenatmosphäre eingesetzt wurde. Der übliche Einsatzzweck des Ofens sind Plasmanitrierprozesse.

#### 4.3.4 Thermowaage

Die thermogravimetrische Messeinrichtung (Thermowaage) ist ein Rohrofen, der bis zu 1050 °C Behandlungstemperatur erreicht. Es sind Unterdrücke von  $1,25 \cdot 10^{-4}$  bar möglich.

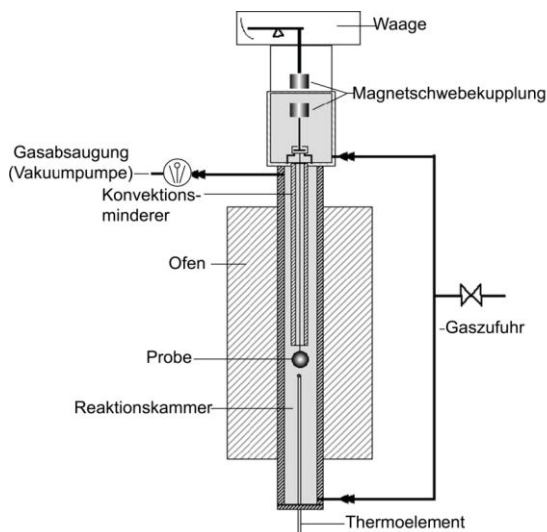


Abbildung 51: Aufbau der Thermowaage (schematisch)

Die momentane Anlagenkonfiguration enthält Versorgungen mit Stickstoff, Wasserstoff, Acetylen oder Propan und Ammoniak. Der Wärmebehandlungsprozess kann durch auf die Probe gerichtete Stickstoffdüsen (Gas) beschleunigt abgekühlt werden.

Die Probe hängt, über einen Draht mit einer Induktionswaage verbunden, innerhalb der beheizten Zone des Rohrofens. Diese Waage löst das Probengewicht bis in den  $1 \cdot 10^{-5}$  Gramm-Bereich auf und ermöglicht es, den Kohlenstoffübergang in die Probenoberfläche über das Gewicht zu beurteilen.

#### 4.3.5 Umlaufbiegemaschine

Für die Umlaufbiegeprüfung stand eine Umlaufbiegeprüfmaschine der Bauart PUNZ, Firma Schenck, zur Verfügung. Die Belastung wurde über ein verstellbares Gewicht an einem Hebelarm auf die Probe gebracht. Die Momentlinie ist bei dieser Bauart über den Prüfbereich der Proben konstant. Die Prüffrequenz betrug  $\sim 80$  Hz. Es konnte in keinem Fall eine Erwärmung der Proben beobachtet werden.



Die Schwingfestigkeit wurde im Einstufenversuch ermittelt, d. h. bei konstanter Beanspruchungsamplitude wurde der Versuch so lange fortgesetzt, bis eine Grenzschwingspielzahl  $N_G$  (hier:  $10^7$  Lastzyklen) erreicht war oder die Probe brach.

#### 4.3.6 Pulsatorprüfstand

Der Pulsatorprüfstand des Herstellers Schenck arbeitete als resonanzerregtes Feder-Masse-System. Das Zahnrad wurde während der Versuche zwischen 2 Stempeln eingespannt, die jeweils über 4 Zähne greifend die Versuchslast aufprägten. Der federseitige Stempel leitete die Last über einen Drucksensor ein, der mit  $10^5$  Hz Messwerte ausgab. Aus dem Gesamtsystem der Steifigkeit des Zahnrades sowie des Prüfstandes und der schwingenden Masse folgte eine Eigenfrequenz von  $\sim 27$  Hz. Der Versuch wurde einstufig bis zum Bruch bzw. bis zu einer Grenzschwingspielzahl von  $10^7$  Lz durchgeführt. Das Spannungsverhältnis  $R_\sigma$  betrug  $-0,1$ , um zu gewährleisten, dass die Zahnräder permanent vorgespannt mit einer Mindestlast in der Aufnahme fixiert waren (siehe Abbildung 52). Bei der Belastung der geprüften Zähne wurden die Zahnräder jeweils so weiter verdreht, dass kein Zahn einer Doppelbelastung und auch keiner Zugbelastung des eigentlich nicht geprüften Zahnfußes aus einer vorangegangenen Einspannung ausgesetzt wurde.

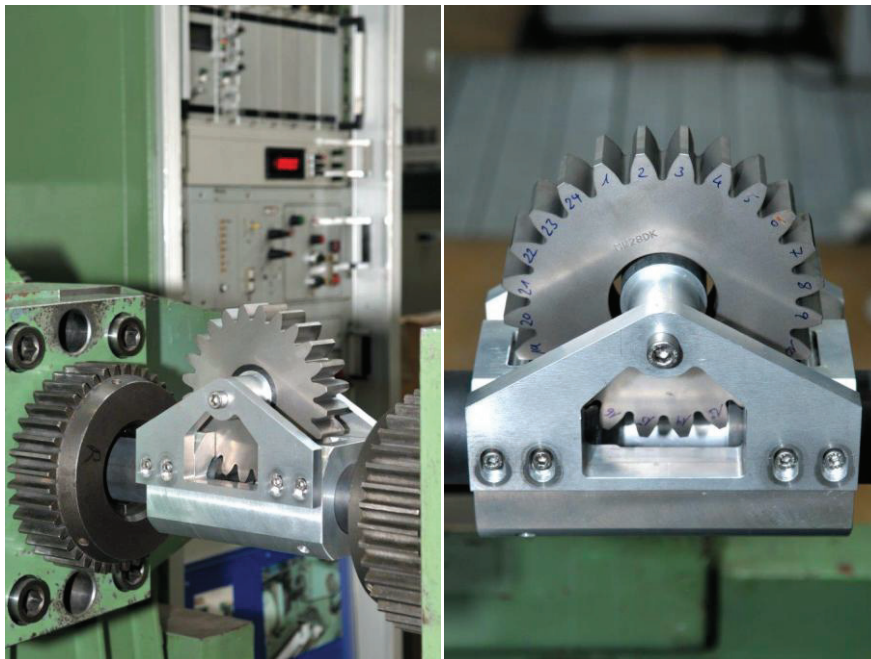


Abbildung 52: Pulsatorprüfstand mit eingespanntem Zahnrad

#### 4.3.7 Optische Emissionsspektroskopie

##### 4.3.7.1 GD-OES

Das verwendete Spektrometer für randnahe Elementtiefenverläufe war ein GDS-750 A der Firma LECO.

#### 4.3.7.2 S-OES

Für die Erstellung von Elementtiefenverläufen wurde ein Funkenspektrometer ARL 3460 von Thermo Scientific eingesetzt. Die Tiefenschritte entstanden hierbei vor jeder Messung durch Schleifen mit einer Aluminiumoxid-Schleifscheibe und Vermessung mit einer  $\mu$ m-Bügelmessschraube.

#### 4.3.8 Röntgendiffraktometer

Die Analyse der Eigenspannungen und des Restaustenitgehalts wurde mit Hilfe eines Theta/2-Theta Goniometers von General Electrics erstellt. Zur Detektion der Röntgenstrahlen wurde ein Szintillisationszähler eingesetzt. Der Generator arbeitete mit einer Spannung von 33 kV und 40 mA Stromstärke. Das Anodenmaterial zur Erzeugung der Röntgenstrahlen war Chrom.

Die komplexe Geometrie der Zahnräder machte es erforderlich, den für die Messungen interessanten Bereich des Zahnfußes frei zu legen, da sonst der Röntgenstrahl nicht in erforderlichem Winkel aufgebracht werden konnte. Die benachbarten Zähne wurden drahterosiv entfernt und das Zahnrad in einer die Position fixierenden Aufnahmevorrichtung eingespannt (Abbildung 53).



**Abbildung 53: Aufnahme eines Zahnrads im Röntgendiffraktometer**

Die Tiefenverläufe wurden durch schrittweises elektrochemisches Abtragen erzeugt, wobei der betreffende Bereich von isolierenden Material abgegrenzt vorlag. Somit konnten die eingesetzten Ströme während des Abtrags gering gehalten werden. Das Zahnrad wurde zur Messung der Abtragstiefe in eine die Position wiederholbar fixierende Halterung aufgenommen und mit einer Messuhr gemessen (Abbildung 54). Die Tiefenschritte erfolgten zeitgesteuert über die Verweildauer im Ätzbad und sind in den Auswertungsdiagrammen angegeben.

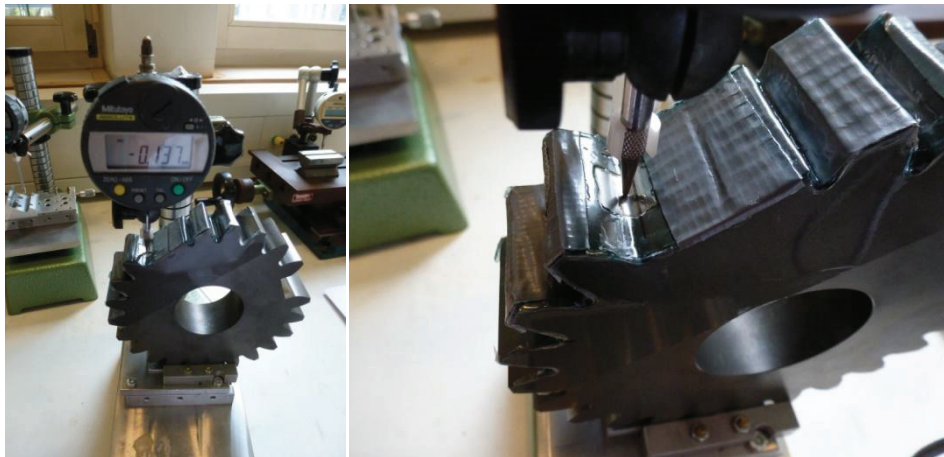


Abbildung 54: Aufnahme eines Zahnrads in der Messvorrichtung für die Abtragstiefe

#### 4.3.9 Weißlichtinterferometer

Ein Weißlichtinterferometer ist ein optisches, kontaktloses Messsystem. Es basiert auf der Auswertung von Interferenzen breitbandigen Lichts, welche bei z. B. Specklemustern auftreten. Das von einer Lichtquelle ausgesandte Licht wird über einen zweiseitig halbdurchlässigen Spiegel einmal auf die zu analysierende Oberfläche reflektiert und zu einem Vollspiegel durchgelassen (Abbildung 55). Das von der Oberfläche reflektierte Licht passiert den Halbspiegel in Richtung einer Kamera während das vom Vollspiegel zurückgeworfene Licht über den halbdurchlässigen Spiegel Richtung Kamera reflektiert wird. Die Interferenz entsteht also aus dem "Ursprungslicht" der Lichtquelle und dem von der zu analysierenden Oberfläche reflektierten Licht.

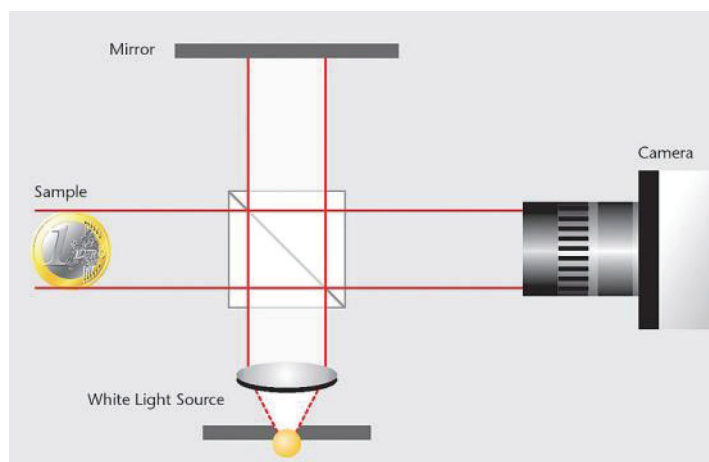


Abbildung 55: Prinzipieller Aufbau eines Weißlichtinterferometers

Es wurde ein Talysurf CCI HD Weißlichtinterferometer mit einer Auflösung von 1024 x 1024 Pixeln verwendet. Die Fläche eines gemessenen Quadrats betrug bei der gewählten Auflösung 0,09 cm<sup>2</sup> woraus eine laterale Auflösung von ~0,3 µm resultierte. Zusätzliche Ausstattung des CCI HD war eine von DigitalSurf hergestellte Auswertesoftware, die eine statistische Analyse der Oberflächen ermöglichte. Es wurde in erster Linie auf die Filterfunktion zur Darstellung von Furchen zurückgegriffen, da hiervon der für die Rissbildung kritischste Effekt erwartet wurde. Die Auflösung in Tiefenrichtung betrug 0,1 nm.

#### 4.3.10 Metallographie

Für die Herstellung eines metallographischen Schliffes wurde eine Probe oder ein Bauteil in zuvor definierten Ebenen getrennt. Eine Einbettung in einen Duroplasten erleichterte die nachfolgenden Arbeitsschritte. Die zu präparierende Oberfläche blieb hierbei frei. Durch einen abgestuften Schleifprozess mit immer feinerer Schleifpapierkörnung und abschließendem Polieren mit einer Diamantsuspension wurde eine optisch spiegelnde Oberfläche erzeugt. Hieran erfolgte die Beurteilung des Reinheitsgrads. Der eigentlich das Gefüge darstellende Schritt war eine Ätzung in alkoholischer  $\text{HNO}_3$ . Durch die Unterschiedliche chemische Beständigkeit der Gefügeanteile und somit verschieden tiefen Ätzangriffs und Einfärbung der Oberfläche trat eine Kontrastierung ein. Diese Fläche ließ sich schließlich mit einem metallographischen Mikroskop betrachten und ermöglichte die digitale Aufnahme von Schliffbildern, wie sie im Weiteren häufig zur Randschichtcharakterisierung herangezogen werden. Bei besonderen Anforderungen, z. B. der Präparation auf die Kontrastierung der ehemaligen Austenitkorngrenzen, wurde eine Mischung aus Salz- und Pikrinsäure verwendet. Weitere Sonderätzungen sind im Einzelfall direkt am gezeigten Schliffbild angegeben.

#### 4.3.11 Rasterelektronenmikroskop

Es wurde ein Rasterelektronenmikroskop (REM) mit Zusatz für qualitative und halbquantitative Elementanalysen (EDX) und 3-D-Oberflächenvermessung verwendet. Unter den „Standardabbildungen“ sind jeweils der Maßstab sowie der Detektor angegeben. Bei „Det: SE“ handelt es sich um Sekundärelektronenbilder, bei „Det: BSE“ um Rückstreuелеktronenbilder. Die 3-D-Oberflächenvermessung wurde mit der Software MeX der Firma Alicona durchgeführt. Sie erzeugt aus 3 in festen Winkeln euzentrisch verkippten Bildern durch Analyse der sich unterschiedlich darstellenden Flächen eine topografische Ansicht. Die Auswertung der erstellten Flächenprofile erfolgt nach ISO 25178.

### 4.4 Anlageneinfluss und Prozessgestaltung

Innerhalb dieser Arbeit wurden im Wesentlichen die zwei verschiedenen Anlagentypen Ipsen RVTC und ALD ModulTherm verwendet. Neben der Entwicklung von Niederdruck-Carbonitrierprozessen sollte eine direkte Übertragbarkeit der Ergebnisse zwischen diesen Anlagentypen geprüft werden. Von weiterem Interesse waren hierbei Formierungseffekte und prozessseitige Grenzen für die Anwendbarkeit der entwickelten Wärmebehandlungen. Das Formierungsverhalten wurde über einen in wiederholten Folgen in der RVTC gefahrenen Referenzprozess untersucht (Tabelle 4-17). Für diese Prozesse wurde aus materialökonomischen Gründen auf einen verfügbaren 20MnCr5 zurückgegriffen. Die erzielten Randschichtparameter des Prozesses sind daher nicht direkt mit denen der anderen verwendeten Werkstoffe vergleichbar.

**Tabelle 4-17: Prozess für die Bewertung des Formierungsverhaltens**

|                             |   |
|-----------------------------|---|
| Erwärmbedingungen           | warmer Ofen 850 °C / 5 °K/min 940 °C                                      |
| Aufkohlungsatmosphäre       | 800 l/h Acetylen, 4mbar   |
| Diffusionsatmosphäre        | „Vakuum“ (Haltesegment)   |
| Carbonitriersegmente        | NH <sub>3</sub> nur im Haltesegment auf Härtetemperatur                   |
| Carbonitrieratmosphäre      | 50 mbar NH <sub>3</sub> 1000 l/h  |
| Zieltemperatur Aufkohlung:  | 940°C   |
| Aufkohlen und Diffundieren: | 1.10..1.10..1.10.. <sup>1</sup>   |
| Absenken:                   | 840 °C in 30' und halten für 100' (90 min NH <sub>3</sub> , 10 min evak.) |
| Abschrecken:                | N <sub>2</sub> – 10 bar, 10 Minuten                                       |
| nach Abschreckung:          | Abkühlen an Umgebungsluft   |
| Anlassen:                   | 180 °C - 2 h  |

Die generelle Übertragbarkeit konnte mit Hilfe von Prozessen kontrolliert werden, die mit gleichem "Rezept" in beiden Anlagen gefahren und anschließend entsprechenden Analysen der Kohlenstoff- und Stickstofftiefenverläufe von Begleitproben erstellt wurden. Hierbei handelte es sich um die Prozesse nach Tabelle 4-18. Aufgrund des unterschiedlichen Legierungselementgehalts stellte sich das Aufkohlungsverhalten der Werkstoffe unterschiedlich dar und die Prozesse sind in den Aufkohlungs- und Diffusionssegmenten an diesen Umstand angepasst.

**Tabelle 4-18: Prozesse für Anlagenvergleich**

|   | Lange Kohlungspulse                       | Kurze Kohlungspulse  |
|---|---|--|
| Erwärmbedingungen:                        | warmer Ofen 850°C / 10 °K/min             | warmer Ofen 850°C / 10 °K/min  |
| Aufkohlungsatmosphäre:                    | 600 l/h Acetylen, 4mbar                   | 600 l/h Acetylen, 4mbar  |
| Diffusionsatmosphäre:                     | Vakuum                                    | Vakuum   |
| Zieltemperatur Aufkohlung:                | 940°C                                     | 940°C  |
| Aufkohlen und Diffundieren (18CrNiMo7-6): | 2.20..2.30..2.60..1,5.60..1,5.100..       | 0,5.15..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.30..<br>0,5.40..0,5.80..                           |
| Aufkohlen und Diffundieren (20MoCrS4):    | 2.10..2.20..2.20..2.30..2.60..2.60..2.80. | 0,5.15..0,5.20..0,5.20..0,5.20..<br>0,5.20..0,5.25..0,5.30..0,5.30..0,5.60..<br>0,5.60 |
| Absenken:                                 | 840 in 20' und halten für 40'             | 840 in 20' und halten für 20'  |
| Abschrecken:                              | N <sub>2</sub> - 10 bar, 10 Minuten       | N <sub>2</sub> - 10 bar, 10 Minuten  |
| Anlassen:                                 | 180 °C 2h                                 | 180 °C 2h  |

Das Verhalten der Anlagen bei Niederdruck-Carbonitrieren wurde ebenfalls durch die Wärmebehandlung nach gleichem Prozess in beiden Öfen ermittelt. Hierbei war eine Anpassung der Aufkohlung an das Legierungskonzept nicht notwendig, weil es bereits im vorigen Versuchsabschnitt abgedeckt war. Deshalb befanden sich beide Werkstoffe in der gleichen Charge.

In Bezug auf die Empfindlichkeit des Prozesses gegen die Chargenfläche bei gleicher Acetylenzugaberate aber veränderten Pulsdauern wurden Wärmebehandlungen in der RVTC durchgeführt. Hierbei erfolgte die Variation der Chargenfläche über einfache Stahlble-

<sup>1</sup>Zur Aufschlüsselung der Prozesssegmente siehe Kapitel 3.2.2 auf Seite 19



che. Die aufgenommenen Kohlenstoffverläufe von über die Chargendiagonale verteilten Couponproben sind im Ergebnisteil angegeben. Es war zwar das Ziel, Randschichten mit für jeden Prozess jeweils gleicher Aufkohlungstiefe und gleichem Randkohlenstoffgehalt zu erzeugen. Es erfolgte allerdings keine Anpassung der Rezepte nach einer zuvor durchgeführten Simulation.

**Tabelle 4-19: Prozesse zur Variation der Aufkohlungspulsdauer und der Chargenfläche**

|                            |   |
|----------------------------|---|
| Erwärmbedingungen:         | warmer Ofen 850°C / 10 °K/min   |
| Aufkohlungsatmosphäre:     | 800 l/h Acetylen, 4mbar   |
| Diffusionsatmosphäre:      | Vakuum  |
| Zieltemperatur Aufkohlung: | 940°C   |
| Aufkohlen und Diffundieren | 0,75.20..0,75.30..0,75.60..0,75.60..0,75.100..                                  |
| Lange Kohlunspulse:        |   |
| Aufkohlen und Diffundieren | 0,5.15..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.30.. 0,5.40..0,5.80..                       |
| Kurze Kohlunspulse:        |   |
| Aufkohlen und Diffundieren | 0,25.10..0,25.10..0,25.10..0,25.10..0,25.20..0,25.20..0,25.40..0,25.60..0,25.80 |
| Sehr kurze Kohlunspulse:   |   |
| Absenken:                  | 840 in 20' und halten für 60'   |
| Abschrecken:               | N <sub>2</sub> - 2 bar, Lüfterleistung: max., 10 Minuten/                       |
| Anlassen:                  | -   |
| Chargenfläche:             | 0,5 m <sup>2</sup><br>1,0 m <sup>2</sup><br>1,5 m <sup>2</sup>                  |

## 4.5 Wärmebehandlungen

### 4.5.1 WB - Feinkornbeständigkeit

#### 4.5.1.1 18CrNiMo7-6

Die Feinkornbeständigkeit des 18CrNiMo7-6 wurde untersucht, indem er Glühbehandlungen mit einer Dauer von 2 h 47 min bei 940 °C, 1050 °C und 1100 °C unterzogen wurde. Diese Prozesse wurden in einer Niederdruck-Wärmebehandlungsanlage Bauart Ipsen RVTC durchgeführt. Die Charge wurde in einen auf 850 °C vorgeheizten Ofen eingefahren und anschließend mit 10 K/min auf die entsprechende Glühtemperatur erwärmt. Die Aufkohlungssimulation ergab für Niederdruckprozesse (3 Aufkohlungspulse mit anschließenden Diffusionssegmenten, Randkohlenstoff von ca. 0,75 Ma.-%) mit einer Kohlunspulsdauer von 2 h 47 min eine CHD von ca.

2,0 mm bei 1100 °C,

1,6 mm bei 1050 °C und

0,9 mm bei 940 °C.

#### 4.5.1.2 20CrMo4

Die Feinkornbeständigkeit des 20CrMo4 wurde untersucht, indem er Glühbehandlungen mit einer Dauer von 2 h 47 min bei 940 °C, 1050 °C und 1100 °C unterzogen wurde. Die Charge wurde in einen auf 850 °C vorgeheizten Ofen eingefahren und anschließend mit 10 K/min auf die entsprechende Glühtemperatur erwärmt.

Die Aufkohlungssimulation ergab für Niederdruckprozesse (3 Aufkohlungspulse mit anschließenden Diffusionssegmenten, Randkohlenstoff von ca. 0,75 Ma.-%) mit einer Kohlungstemperaturdauer von 2 h 47 min eine CHD von ca.

2,2 mm bei 1100 °C,

1,7 mm bei 1050 °C und

1,0 mm bei 940 °C.

Die hiernach erhaltenen Ergebnisse gaben Anlass zur Durchführung zweier unterschiedlicher Vorwärmebehandlungen mit anschließendem isothermen Halten:

- Variante 1: 1150 °C 2 h mit anschließendem isothermen Halten bei 950 °C 1,5 h

Nachdem auch diese Variante nicht zu einer zufriedenstellenden Feinkornbeständigkeit führte erfolgte

- Variante 2: 1150 °C 2 h, Abschrecken in max. 75 s auf 680 °C, isothermes Halten für 16 h

Die Ergebnisse der Vorwärmebehandlungen sind in 5.3.1 angegeben.

#### 4.5.2 WB - Carbidbildung und Wiederauflösung

Die Wärmebehandlungen zur Untersuchung der Carbidbildung und Carbidauflösung wurden

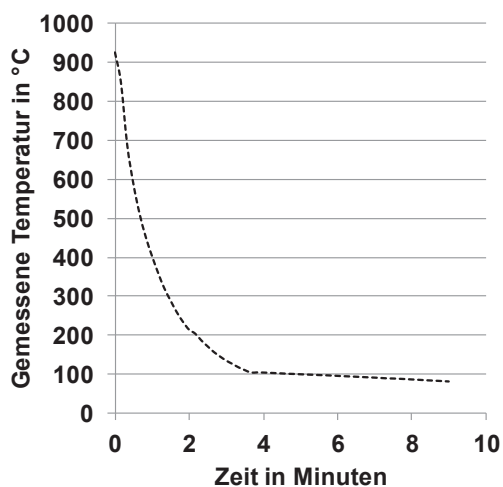


Abbildung 56: 42CrMo4, Abkühlkurve der Thermowaage mit Stickstoffeinleitung (Thermoelement in Probe)

in der Thermowaage durchgeführt. Die Probe wurde hierbei unter Vakuum ( $1,2 - 2,5 \cdot 10^{-4}$  bar) von Raumtemperatur auf die jeweilige Aufkohlungstemperatur erwärmt und dort für ca. 10 min gehalten.

Bei den anschließenden Aufkohlungssegmenten wurden 10 ml/min Acetylen bei einem angestrebten Ofendruck von 4 mbar zugegeben. Die Massenflussregler benötigten im Zusammenspiel mit dem Druckregler allerdings ca. 50 s bevor sich der Ofendruck einpendelte. Dies bedeutet, dass die Segmente mit Acetylen-Zugabedauern kürzer 50 s einen niedrigeren Ofendruck erreichten.

Die Diffusionssegmente erfolgten unter gleichzeitigem Abpumpen des Acetylens auf einen Druck von  $1,2 - 2,5 \cdot 10^{-4}$  bar. Das Umschalten der Anlage von einem Aufkohlungssegment in einen „sicheren Status“ (Heizung abgeschaltet, alle Massenflussregler und Ventile geschlossen) benötigte 30 s. Erst dann konnte ein beschleunigtes Abkühlen erfolgen. Diese Zeit war somit den Diffusionssegmenten zuzurechnen. Gleichfalls bedeutet dies, dass auf eine Aufkohlung zwangsläufig mindestens 30 s Diffusionszeit folgten, bevor abgeschreckt werden konnte. Das Abschrecken erfolgte in der Thermowaage über die Zuleitung von Stickstoff, der über einen manuell zu öffnenden Bypass per Vakuumpumpe abgeführt wurde.

Die beschleunigte Abkühlung lief hierbei qualitativ nach Abbildung 56 ab. Dieser Abkühlverlauf führt nach einer Aufkohlung zu einer martensitischen Umwandlung in der Randschicht.

Die Stickstoffzufuhr wurde nach Unterschreiten einer Temperatur von  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$  abgeschaltet. Die weitere Wärmeabfuhr verlief dadurch folglich langsamer.

### 4.5.3 WB - Effusionsuntersuchungen

Die Vorversuche zu den Effusionsuntersuchungen wurden in der Thermowaage durchgeführt. Alle Proben wurden einem Niederdruck-Aufkohlen unterzogen, das eine CHD von ca. 1 mm erzeugte. Das Aufkohlen erfolgte immer bei 4 mbar Acetylen. Der Prozess entsprach folgendem Ablauf:

( $940^{\circ}\text{C}$ )1.20..1.30..1.40..1.40..1.60..( $840^{\circ}\text{C}$ )20.60

Für den 18CrNiMo7-6 sind zusätzlich Effusionsuntersuchungen bei  $1050^{\circ}\text{C}$  vorgenommen worden. Die Wärmebehandlung auf CHD  $\sim 1$  mm entsprach folgender Prozessführung:

( $1050^{\circ}\text{C}$ )2.20..2.20..1.20..( $840^{\circ}\text{C}$ )20.60

Technisch bedingt sieht die Thermowaage nur einen Regler für den Prozessdruck vor. Die während einer Wärmebehandlung angefahrenen Drücke reichen allerdings von 0,12-0,25 mbar in den evakuierten Segmenten und bis zu 1030 mbar in den Segmenten, in denen Stickstoff zugeführt wurde. Die an der Thermowaage eingesetzten Druckmessdosen (Pfeiffer CMR 261 und Pfeiffer CMR 262) deckten Druckbereiche von  $1 \cdot 10^{-1}$  - 100 mbar bzw. 1 - 1100 mbar ab. Für die Versuche in denen Stickstoff zu einer Reduzierung der Manganeffusion führen sollte, musste demnach eine Druckmessdose des Typs CMR 262 eingesetzt werden.



#### 4.5.4 WB - Kurzzeit-Carbonitrieren

Das Kurzzeit-Carbonitrieren wurde durchgeführt, indem die Absenk- und Haltesegmente eines "normalen" Niederdruck-Aufkohlens für die Zugabe von Ammoniak bei Drücken zwischen 20 - 100 mbar und Begasungsmengen zwischen 750 - 1800 l/h genutzt wurden.

Üblicherweise finden diese Prozessschritte unter Vakuum statt. Eine ammoniakhaltige Atmosphäre machte eine abschließende Evakuierung der Heizkammer von ca. 20 min notwendig, bevor die Charge in die Abschreckkammer umgesetzt werden konnte.

#### 4.5.5 WB - Thermisches Ätzen / Voroxidation

Die Grundlagenuntersuchungen zum thermischen Ätzen wurden an Proben mit dem Durchmesser 15 mm x 6 mm (siehe 4.2.2) durchgeführt. Alle Proben wurden vor der Wärmebehandlung poliert. Die Voroxidation erfolgte im ersten Versuchsabschnitt in einem auf die entsprechende Temperatur vorgeheizten Luftumwälzofen. Der anschließende Aufkohlungsprozess fand im Niederdruck auf eine CHD von  $1,0 \pm 0,1$  mm bei 940 °C Aufkohlungstemperatur statt. Dann wurde mit Hilfe eines REM die Probenoberfläche aufgenommen und zusätzlich mit der Software MEX ausgewertet.

In einem zweiten Versuchsabschnitt, der sich zeitlich an alle anderen Untersuchungen anschloss, wurden nochmals gezielt Proben in einer geregelten Anlage voroxidiert (Rohde PGN). Zur Analyse der Oberflächen wurde in diesem Fall ein Weißlichtinterferometer eingesetzt. Da nicht mehr genügend Material des 20CrMo4 verfügbar war, beschränkten sich diese zusätzlichen Untersuchungen auf 18CrNiMo7-6 und den später in das Versuchsprogramm aufgenommen 20MoCrS4. Die geregelte Voroxidation erfolgte ebenfalls an polierten Proben  $\varnothing$  15 mm x 6 mm für jeweils 1 h bei 450, 500 und 550 °C mit einem Sauerstoffsondensignal von 1000 mV in der Rohde PGN. Daran schloss sich ein Niederdruck-Aufkohlen mit 940 °C Kohlungstemperatur und einer Ziel-CHD von  $1,0 \pm 0,1$  mm in der Ipsen RVTC an. Alle Proben wurden schließlich für 2 h bei 180 °C angelassen.

#### 4.5.6 Wärmebehandlungen der Umlaufbiegeproben

Die für die Lebensdaueruntersuchungen vorgesehenen Wärmebehandlungen ergaben sich aus den vorliegenden Ergebnissen (Kapitel 6.3, ab Seite 136). Für alle Varianten galt:

|                                   |                               |
|-----------------------------------|-------------------------------|
| Erwärmbedingungen:                | warmer Ofen 850°C / 10 °C/min |
| Aufkohlungsatmosphäre:            | 600 l/h Acetylen, 4mbar       |
| Diffusionsatmosphäre/Aufstickung: | siehe Variante                |
| Zieltemperatur Aufkohlung:        | 940°C                         |
| Aufkohlen und Diffundieren:       | siehe Variante                |

|                         |   |
|-------------------------|---|
| Absenken:               | 840 in 20' und halten für 40'                             |
| Abschrecken:            | N <sub>2</sub> - 10 bar, Lüfterleistung: max., 10 Minuten |
| Anlassen:               | 180 °C, 2h  |
| Rand-Kohlenstoffgehalt: | 0,7 - 0,8 Ma.-% beim 20CrMo4,                             |
| Rand-Kohlenstoffgehalt: | 0,65 - 0,75 Ma.-% beim 18CrNiMo7-6,                       |
| CHD:                    | 0,7 mm ± 0,05 mm.   |

#### 4.5.6.1 Referenzvariante "SP" (Standardprozess):

Wärmebehandlung ohne Optimierungsmaßnahmen, die jedoch in der Randschicht nach Prozessende carbidfrei war. Die Prozesse ergaben sich nach Vorversuchen zu:

|              |   |
|--------------|---|
| 18CrNiMo7-6: | (940°C)3.30..3.30..2,5.40..(840°C)20.20   |
| 20CrMo4:     | (940°C)2,5.30..2,5.20..2.35..(840°C)20.20 |

#### 4.5.6.2 Kurzzeit-Carbonitriert "KCN"

Wärmebehandlung nach Referenzvariante, allerdings mit Ammoniakzugabe im Absenk- und Haltesegment auf Härtetemperatur.

|              |   |
|--------------|---|
| 18CrNiMo7-6: | (940°C)3.30..3.30..2,5.30..(840°C, NH <sub>3</sub> 100 mbar)20.60   |
| 20CrMo4:     | (940°C)2,5.30..2,5.20..2.25..(840°C, NH <sub>3</sub> 100 mbar)20.60 |

#### 4.5.6.3 Manganeffusion verringern "MEV"

Wärmebehandlung nach Referenzvariante, allerdings mit einem vorgegebenen Stickstoffdruck von 150 mbar in den Diffusionssegmenten sowie im Absenk- und Haltesegment auf Härtetemperatur.

|              |   |
|--------------|---|
| 18CrNiMo7-6: | (940°C)3.30..3.30..2,5.40..(840°C)20.20   |
| 20CrMo4:     | (940°C)2,5.30..2,5.20..2.35..(840°C)20.20 |

#### 4.5.6.4 Carbidbildung vermeiden "CBV"

Die Wärmebehandlung erfolgte nach den Erkenntnissen, die sich aus den Untersuchungen zur Carbidbildung und -auflösung ergaben. Die Aufkohlungs- und Diffusionssegmentdauern unterschieden sich von der Referenzvariante.

|              |   |
|--------------|---|
| 18CrNiMo7-6: | (940°C)0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.25..0,5.40..(840°C)20.20 |
| 20CrMo4:     | (940°C)0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.25..(840°C)20.20 |

#### 4.5.6.5 Thermisches Ätzen durch Voroxidation verringern "VOX"

Die Wärmebehandlung der Umlaufbiegeproben aus 18CrNiMo7-6 erfolgte in 2 Stufen, zunächst die Voroxidation in der Rohde PGN. Die Voroxidationstemperatur betrug 500 °C, wobei die Proben konvektiv im Ofen von RT aus erwärmt wurden. Das Sauerstoffsensordesignal wurde über den Prozess für 1,5 h bei ~ 1000 mV und somit dem maximal möglichen O<sub>2</sub>-

Paritaldruck gehalten. Danach folgte, wie auch bei den anderen Proben, ein Niederdruck-Aufkohlen in der Ipsen RVTC. Dieser Prozess wurde in Hinblick auf die Wirksamkeit einer Voroxidation "künstlich" verlängert (siehe Kapitel 6.3.1). Diese Verlängerung bestand aus einem Halten auf Kohlungetemperatur von 940 °C für 4 Stunden und einem erst anschließend beginnenden Aufkohlen bzw. Einsatzhärten.

18CrNiMo7-6: (940°C-240min) → (940°C) 1.15..1.15..1.30..(840°C)20.40

#### 4.5.7 Wärmebehandlungen der Zahnradvarianten

##### 4.5.7.1 NDAK18 und NDAK20

Die Wärmebehandlungen der niederdruck-aufgekohlten Vergleichsvarianten NDAK18 (18CrNiMo7-6) und NDAK20 (20MoCrS4) wurden in der Ipsen RVTC durchgeführt. Hierfür erfolgte eine Rezeptgestaltung, die die Anforderungen an die industrielle Praxis und die Vorgaben einer carbidgefreien Randschicht mit geringem Restaustenitgehalt erfüllte.

##### NDAK18:

|                                   |   |
|-----------------------------------|---|
| Erwärmbedingungen:                | warmer Ofen 850°C / 10 °C/min                 |
| Aufkohlungsatmosphäre:            | 600 l/h Acetylen, 4mbar                       |
| Diffusionsatmosphäre/Aufstickung: | Vakuum  |
| Zieltemperatur Aufkohlung:        | 940°C   |
| Aufkohlen und Diffundieren:       | 2.20..2.30..2.60..1,5.60..1,5.100..           |
| Absenken:                         | 840 in 20' und halten für 40'                 |
| Abschrecken:                      | N2 - 10 bar, Lüfterleistung: max., 10 Minuten |
| nach Abschrecken:                 | Abkühlen an Umgebungsluft                     |
| Anlassen:                         | 180 °C 2h                                     |

##### NDAK20:

|                                   |   |
|-----------------------------------|---|
| Erwärmbedingungen:                | warmer Ofen 850°C / 10 °C/min                 |
| Aufkohlungsatmosphäre:            | 600 l/h Acetylen, 4mbar                       |
| Diffusionsatmosphäre/Aufstickung: | Vakuum  |
| Zieltemperatur Aufkohlung:        | 940°C   |
| Aufkohlen und Diffundieren:       | 2.10..2.20..2.20..2.30..2.60..2.60..2.80..    |
| Absenken:                         | 840 in 20' und halten für 40'                 |
| Abschrecken:                      | N2 - 10 bar, Lüfterleistung: max., 10 Minuten |
| nach Abschrecken:                 | Abkühlen an Umgebungsluft                     |
| Anlassen:                         | 180 °C 2h                                     |

#### 4.5.7.2 GARS18 und GARS20

Die Wärmebehandlung Referenzvarianten als derzeitiger industrieller Standard erfolgte bei der Wegener Härtetechnik GmbH. Es wurde ein Mehrzweck-Kammerofen mit Öl-Abschreckbad verwendet. Beide Varianten wurden in der gleichen Charge behandelt. Der C-Pegel betrug während der ersten 175 Minuten 1,0 und für die restlichen 160 Minuten Prozesszeit 0,7 (siehe Abbildung 57). Die Temperatur wurde während des Aufkohlens nach 240 Minuten von 960 °C auf 820 °C Härtetemperatur abgesenkt. Das Anlassen nach dem Härten bestand aus einem Halten auf 180 °C für 2 Stunden. Schließlich erfolgte ein Reinigungsstrahlen, womit die Herstellung der Zahnräder als abgeschlossen anzusehen war, da diese ungeschliffen untersucht wurden.

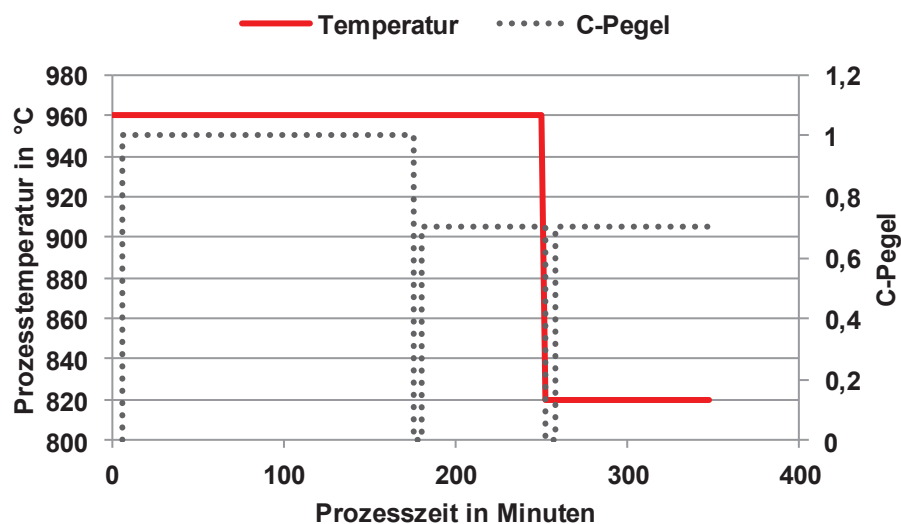


Abbildung 57: Prozessführung des Gasaufkohlens der Referenzvarianten GARS18 und GARS20

#### 4.5.7.3 Opt.-18 und Opt.-20

Die Wärmebehandlung der optimierten Varianten eines Niederdruck-Carbonitrierens erfolgte in der ALD ModulTherm der Wegener Härtetechnik GmbH. Die Kammergröße der Anlage erforderte für eine bessere Chargengleichmäßigkeit die Zugabe zusätzlichen Ballastmaterials (50 Bolzen, Ø 30 mm x 100 mm, 18CrNi8). Wie die Ergebnisse zur Empfindlichkeit gegenüber sehr kurzen Kohlungssegmentdauern zeigten, ist eine Verringerung dieser Zeiten Anlagenabhängig mit einer gesteigerten Ungleichmäßigkeit verbunden (siehe Kapitel 5.1). Aufgrund dessen wurde ein Kompromiss in Bezug auf die Segmentgestaltung eingegangen und mit auf 0,5 Minuten verkürzten Kohlungssegmenten gearbeitet. Stickstoff wurde nur in den Segmenten "Halten" und "Absenken" in direktem Anschluss an das Niederdruck-Aufkohlen über die Zugabe von Ammoniak in die Bauteile eingebracht. Der Abschreckvor-

gang erfolgte bei 10 bar Druck mit Stickstoffgas und voller Lüfterleistung. Das Anlassen bestand aus einem Halten auf 180 °C für 2h.

#### Opt.-18:

|                                   |  |
|-----------------------------------|--|
| Erwärmbedingungen:                | warmer Ofen 850°C / 10 °C/min, Konv. N <sub>2</sub> -1200 mbar |
| Aufkohlungsatmosphäre:            | 800 l/h Acetylen, 10 mbar                                      |
| Diffusionsatmosphäre/Aufstickung: | im Abs. und H.-seg. 50 mbar NH <sub>3</sub> 1000 l/h           |
| Zieltemperatur Aufkohlung:        | 940°C  |
| Aufkohlen und Diffundieren:       | 0,5.15..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.30..0,5.40..<br>0,5.80     |
| Absenken:                         | 840 in 30' und halten für 60'                                  |
| Abschrecken:                      | N <sub>2</sub> - 10 bar, Lüfterleistung: max., 10 Minuten      |
| nach Abschreckung:                | Abkühlen an Umgebungsluft                                      |
| Anlassen:                         | 180 °C 2h  |

#### Opt.-20:

|                                   |  |
|-----------------------------------|--|
| Erwärmbedingungen:                | warmer Ofen 850°C / 10 °C/min, Konv. N <sub>2</sub> -1200 mbar                     |
| Aufkohlungsatmosphäre:            | 800 l/h Acetylen, 10 mbar  |
| Diffusionsatmosphäre/Aufstickung: | im Abs. und H.-seg. 50 mbar NH <sub>3</sub> 1000 l/h                               |
| Zieltemperatur Aufkohlung:        | 940°C  |
| Aufkohlen und Diffundieren:       | 0,5.15..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.25..<br>0,5.30..0,5.30..0,5.60..0,5.60 |
| Absenken:                         | 840 in 30' und halten für 60'  |
| Abschrecken:                      | N <sub>2</sub> - 10 bar, Lüfterleistung: max., 10 Minuten                          |
| nach Abschrecken:                 | Abkühlen an Umgebungsluft  |
| Anlassen:                         | 180 °C 2h  |

## 4.6 Lebensdaueruntersuchungen

Die Lebensdaueruntersuchungen innerhalb dieser Arbeit sind in zwei Versuchsabschnitte unterteilt. Für eine grundlegende Untersuchung der einzelnen, als festigkeitsverringern eingestuft Auswirkung eines Niederdruck-Aufkohlens, wurden Umlaufbiegeuntersuchungen durchgeführt (siehe 4.3.5). Hierfür wurden die Werkstoffe 18CrNiMo7-6 und 20CrMo4 verwendet. Aus den Vorversuchen folgte die Festlegung auf 5 einzelne Varianten. Die Bezeich-

nung richtet sich nach dem maßgeblich zugeordneten Effekt, auf den die Wärmebehandlungen optimiert waren.

Es lagen die Varianten

- "CBV" zur Vermeidung einer Carbidbildung während der Kohlungssegmente,
- "MEV" zur Verringerung der Manganeffusion,
- "KCN" zur Kompensation der Elementeffusion durch ein Niederdruck-Carbonitrieren,
- "VOX" zur Verminderung des thermischen Ätzeffektes mit Hilfe einer gezielten Voroxidation und
- "SP", ein als Vergleichsbasis hergestellter Standardprozess, zur Umlaufbiegeprüfung vor.

Der zweite Teil der Lebensdaueruntersuchungen erfolgte an Zahnrädern des Moduls 5 mit 24 Zähnen in Standardreferenzgeometrie der FZG (siehe 4.3.6). Da allerdings der zuvor eingesetzte Werkstoff 20CrMo4 nicht in einem geeigneten Halbzeugdurchmesser vorlag, kam ein 20MoCrS4 in das Versuchsprogramm.

#### 4.6.1 Auswertung mit Hilfe der Maximum-Likelihood-Methode

Die Auswertung der Lebensdaueruntersuchungen wurde mit Hilfe der Maximum-Likelihood-Methode durchgeführt.

Hierbei wurde davon ausgegangen, dass die Verteilung der erreichten Lastzyklen auf den Lathorizonten (Lebensdauer) einer Weibullverteilung mit der Funktion  $F(N)$  genügt.

Dann ist:

$$f(N) = \frac{dF}{dN} \quad \text{Glg. 4-1}$$

Einer bedingten Wahrscheinlichkeit folgend, wird die Hazardfunktion  $h(N)$  eingeführt, für die gilt:

$$h(N) = \frac{f(N)}{1 - F(N)} \quad \text{Glg. 4-2}$$

$$h(N)dN = \frac{f(N)dN}{1 - F(N)} \quad \text{Glg. 4-3}$$

Damit wird es möglich, Proben in der Auswertung zu berücksichtigen, die nicht gebrochen sind. Dies können Durchläufer oder auch abgebrochene Lebensdauerversuche sein.

Die Weibullverteilung lautet:

$$F(N) = 1 - e^{-\left(\frac{N}{N_{63}}\right)^m} \quad \text{Glg. 4-4}$$

Hieraus wird durch Ableitung die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion.

$$f(N) = \frac{m}{N_{63}} \cdot \left(\frac{N}{N_{63}}\right)^{m-1} \cdot e^{-\left(\frac{N}{N_{63}}\right)^m} = h(N) \cdot (1 - F(N)) \quad \text{Glg. 4-5}$$

$$h(N) = \frac{m}{N_{63}} \cdot \left(\frac{N}{N_{63}}\right)^{m-1} \quad \text{Glg. 4-6}$$

Für die Basquin-Linie gilt:

$$N_{63}(\sigma_a) = N_0 \cdot \left(\frac{\sigma_0}{\sigma_a}\right)^k \quad \text{Glg. 4-7}$$

Die Likelihood-Funktion der Lebensdauerverteilung lautet:

$$L \propto \prod_{i=1}^n h(N_i)^{d_i} \cdot (1 - F(N)) \quad \text{Glg. 4-8}$$

$d_i$  = death index, gleich Eins bei Probenbruch, gleich Null bei Durchläufer oder Abbruch

Ist  $L$  maximal, lassen sich die Parameter  $N_{63}$  und  $m$  bestimmen. Dies wird mit Hilfe eines zusätzlichen Verstärkungsfaktors  $c$  durch Maximalwertbestimmung mit der Solver-Funktion in Excel erreicht.  $c$  verändert hierbei lediglich die Empfindlichkeit des Solvers in den Iterationen durch einfache Multiplikation mit  $L$ . Die Basquin-Linien werden dann ebenfalls mit Hilfe des Solvers ermittelt, indem die Differenz der zu erwartenden Schwingspielzahlen nach der ermittelten Weibullverteilung und der Basquin-Funktion bei korrektem  $k$  zu Null werden muss. Der Parameter  $N_0$  kann hierfür auf jede beliebige Bruchwahrscheinlichkeit umgerechnet werden. Für eine Basquinlinie mit einer Bruchwahrscheinlichkeit von 50 % gilt (es sei also  $N = N_{50}$ ):

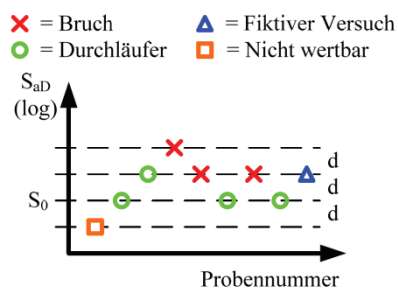
$$1 - F(N) = 0,5 = -e^{-\left(\frac{N_{50}}{N_{63}}\right)^m} \quad \text{Glg. 4-9}$$

$$N_{50} = \sqrt[m]{\ln(2)} \cdot N_{63} \quad \text{Glg. 4-10}$$

Die Basquin-Linien stellen sich in einem nur einfach logarithmisch dargestellten Wöhlerdiagramm nicht als Gerade dar. Aus darstellungstechnischen Gründen wurde in dieser Arbeit darauf verzichtet, die Ordinate der Wöhlerdiagramme in logarithmischer Teilung anzugeben, sodass die eingezeichneten Basquin-Linien als Richtwerte für die hinterlegten Bruchwahrscheinlichkeiten anzusehen sind.

#### 4.6.2 Auswertung mit Hilfe eines modifizierten Treppenstufenverfahrens

Für die Auswertung eines Schwingversuchs zur Ermittlung der Dauerfestigkeit hat Hück ein modifiziertes Treppenstufenverfahren vorgestellt [Hüc83]. Der Versuchsablauf basiert dabei



**Abbildung 58: Prinzipielle Versuchsdurchführung eines Treppenstufenverfahrens [Mül14]**

auf einzelnen Bruchversuchen, die auf logarithmisch äquidistanten Lasthorizonten (Stufen) durchgeführt werden. Kommt es zu einem Durchläufer, der eine zuvor definierte Grenzschwingspielzahl erreicht, wird der nächste Versuch bei um eine Stufe erhöhter Last durchgeführt. Ist auch dieser Versuch ein Durchläufer, würde wiederum gesteigert, wäre es ein Bruch, würde die Last um eine Stufe verringert. Der Erwartungswert  $\bar{x}$  der mit Hilfe dieses Verfahrens ausgewerteten Stichprobe ergibt sich dann nach:

$$\bar{x} = x_0 + d \cdot \frac{\sum i \cdot f_i}{\sum f_i} \quad \text{Glg. 4-11}$$

Die Standardabweichung wird über die Varianz  $k_h$  der Stichprobe hergeleitet.

$$k_h = \frac{\sum f_i \cdot \sum i^2 \cdot f_i - (\sum i \cdot f_i)^2}{(\sum f_i)^2} \quad \text{Glg. 4-12}$$

Die Auswertung der durchgeführten Untersuchungen mit Hilfe dieses Verfahrens zeigte eine gute Übereinstimmung mit den Ergebnissen für die Dauerfestigkeiten, die durch die Maximum-Likelihood-Methode berechnet wurden.



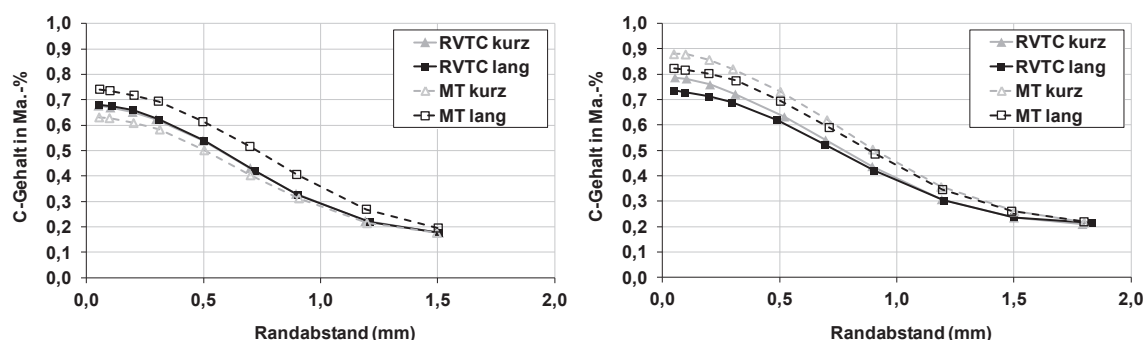
## 5 Ergebnisse

### 5.1 Anlageneinfluss und Prozessgestaltung

Für das Verständnis der Unterschiede in den erzielten Wärmebehandlungsergebnissen ist zunächst die Betrachtung der Abweichungen zwischen den Anlagen Ipsen RVTC und ALD ModulTherm (MT) aufschlussreich. Hierbei muss beachtet werden, dass die angegebenen Analysen aus Versuchsreihen stammten, die zumeist zeitlich im letzten Abschnitt der durchgeführten Arbeiten lagen. Erst gegen Ende der geplanten Versuche entstand ein interpretationsfähiges Gesamtbild, welches einzelne Ergebnisse in früheren Stadien aus der Ipsen RVTC erklärten. Es ist ersichtlich, dass beide Anlagen bei variierten Aufkohlungspulsdauern abweichende Randkohlenstoffgehalte und Aufkohlungstiefen erzeugten. Die ALD ModulTherm lieferte bei Prozessen mit Aufkohlungspulsdauern von 0,25 Minuten an 18CrNiMo7-6 Randkohlenstoffgehalte von 0,63 Ma.-%, während 0,5 Minuten zu Randgehalten von 0,74 Ma.-% führten. Die Aufkohlungstiefe mit Grenzgehalt 0,3 Ma.-% erreichte hierbei 0,94 mm beziehungsweise 1,13 mm (Tabelle 5-1 und Abbildung 59). Ein ähnliches Bild ergab sich nach Prozessen in der RVTC.

**Tabelle 5-1: Randschichtparameter bei variiertem Aufkohlungspulsdauer im Anlagenvergleich**

| Aufkohlungspulsdauer |        | 0,5 min (lang) |                      | 0,25 min (kurz) |                      |
|----------------------|--------|----------------|----------------------|-----------------|----------------------|
|                      | Anlage | Rand-C         | At <sub>0,3 mm</sub> | Rand-C          | At <sub>0,3 mm</sub> |
| 18CrNiMo7-6          | MT     | 0,74           | 0,94                 | 0,63            | 1,13                 |
|                      | RVTC   | 0,68           | 0,98                 | 0,68            | 0,98                 |
| 20MoCrS4             | MT     | 0,77           | 1,36                 | 0,88            | 1,38                 |
|                      | RVTC   | 0,74           | 1,22                 | 0,79            | 1,22                 |



**Abbildung 59: links: 18CrNiMo7-6, rechts: 20MoCrS4 im Anlagenvergleich bei langer und kurzer Aufkohlungspulsdauer**

In Bezug auf die Empfindlichkeit des Prozesses bei Variation der Aufkohlungspulsdauer und der Gesamtchargenfläche in der RVTC zeigt Abbildung 60 eindeutig, dass dieser Punkt bei der Wärmebehandlung beachtet werden muss. Während bei 0,25 min Aufkohlungspulsdauer

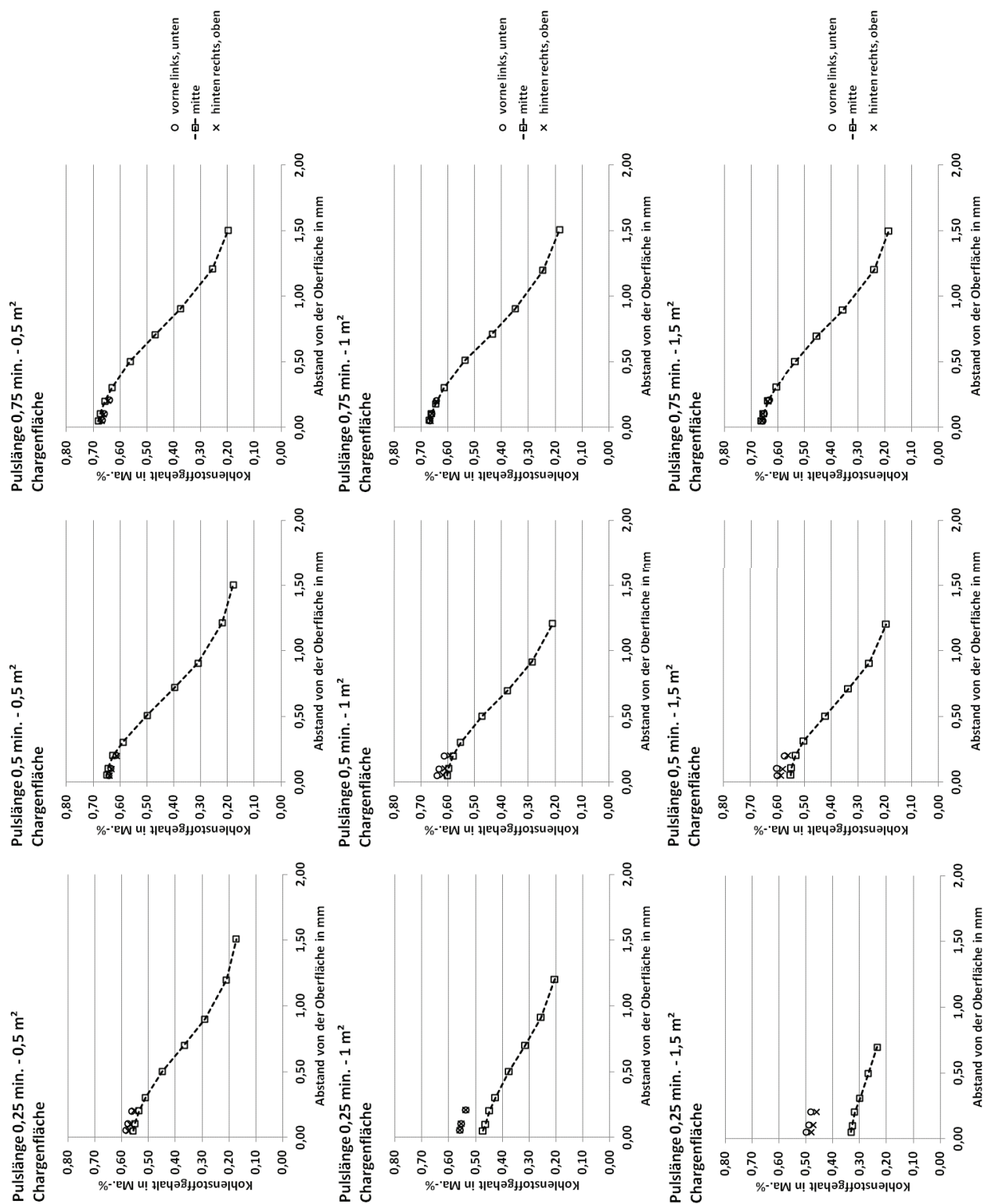


Abbildung 60: Variation von Aufkahlungspulsdauer und Chargenfläche (RVTC)

bereits ersichtliche Unterschiede im Randkohlenstoffgehalt ab 1 m<sup>2</sup> Chargenoberfläche auftraten, sind bei 0,75 min Aufkohlungspulsdauer auch bei 1,5 m<sup>2</sup> keine technisch relevanten Abweichungen über die Chargendiagonale festgestellt worden.

Bei einem Niederdruck-Carbonitrieren zeigten die Anlagen deutliche Unterschiede in der Stickstoffaufnahme der Proben (Abbildung 61). In beiden Werkstoffen erreichte die ModulTherm bei gleicher Prozessführung deutlich höhere Randgehalte von 0,72 Ma.-% an 18CrNiMo7-6, während es mit der RVTC 0,15 Ma.-% waren. An 20MoCrS4 waren es 0,39 zu 0,19 Ma.-% Randstickstoff. Besonders auffällig waren in diesem Zusammenhang die Kohlenstoffverläufe, die aus der ModulTherm hervorgingen. Obwohl in beiden Fällen die Aufkohlungstiefe niedriger im Vergleich zu den Ergebnissen aus der RVTC lag, war der Randkohlenstoffgehalt höher oder zumindest gleich hoch. Das widersprach zunächst dem üblichen Profil, das nach der Aufkohlung erwartet wurde, die vor der Zugabe von NH<sub>3</sub> vollständig abgeschlossen war. Prozesse mit einer Druckvariation bei der Zugabe von Ammoniak erzeugten ähnliche Kohlenstofftiefenverläufe. Bei höherem Druck der NH<sub>3</sub>-Zugabe stellten sich wie erwartet höhere Randstickstoffgehalte und unerwartet auch höhere Kohlenstoffgehalte ein (Abbildung 62). Beide Prozesse wurden aber mit identischem Aufkohlungsrezept gefahren und nur der Druck im abschließenden Nitriersegment angehoben. Im Zusammenhang mit Abbildung 63 links wird klar, warum diese Ergebnisse so auftraten. Die Abbildung zeigt Elementtiefenverläufe von Proben, die einer reinen Ammoniakatmosphäre in der ModulTherm ausgesetzt waren. Zumindest wurde dem Ofen nur Ammoniak zugeführt. Es zeigte sich aber recht deutlich eine aufkohlende Wirkung unter Zugabe von NH<sub>3</sub>. Damit gab es unbestritten starke Wechselwirkungen zwischen den Prozessabschnitten Aufkohlen und Aufsticken und weiterhin den Zusammenhang, dass höhere Randstickstoffgehalte scheinbar mit höheren Randkohlenstoffgehalten gekoppelt waren. Diese Kopplung erklärt ebenfalls die bereits zuvor festgestellten Ungleichmäßigkeiten einer Charge, in der im Wechsel Aufkohlpulse und Aufstickpulse in der RVTC gefahren wurden. Dabei bestanden die üblicherweise für die Kohlenstoffdiffusion genutzten Prozesssegmente eines Niederdruck-Aufkohlens aus Zugabepulsen für Ammoniak (Abbildung 63, rechts). Die Untersuchungen zur Empfindlichkeit der Prozesse gegenüber Chargenfläche und Aufkohlungspulsdauer zeigten, dass die in diesem Niederdruck-Carbonitrierprozess gewählte Kohlungspulsdauer von 1 min sicher ausreichen müsste, um die Charge sehr gleichmäßig aufzukohlen. Die recht hohen Abweichungen in den Randkohlenstoffgehalten waren bei einem reinen Niederdruck-Aufkohlen demnach nicht zu erwarten. Ergebnis war jedoch eine Abweichung von 0,15 Ma.-% in den Randkohlenstoffgehalten. Weitere Anmerkungen hierzu sind in Kapitel 6.2 zu finden.

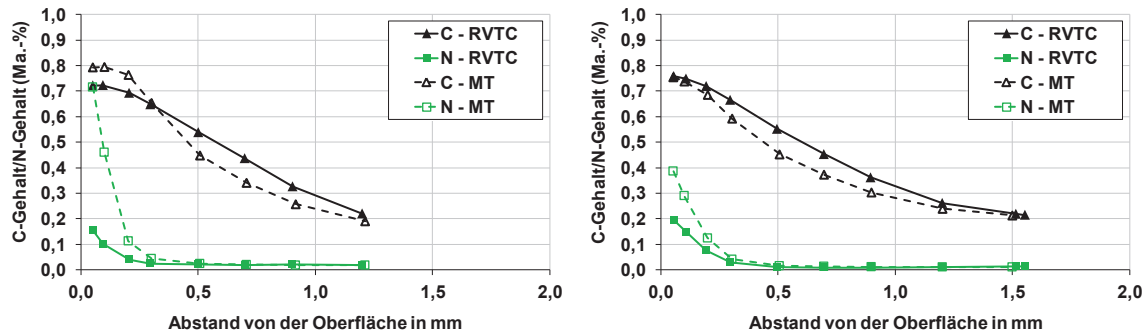


Abbildung 61: links: 18CrNiMo7-6, rechts: 20MoCrS4 im Anlagenvergleich bei Niederdruck-Carbonitrieren

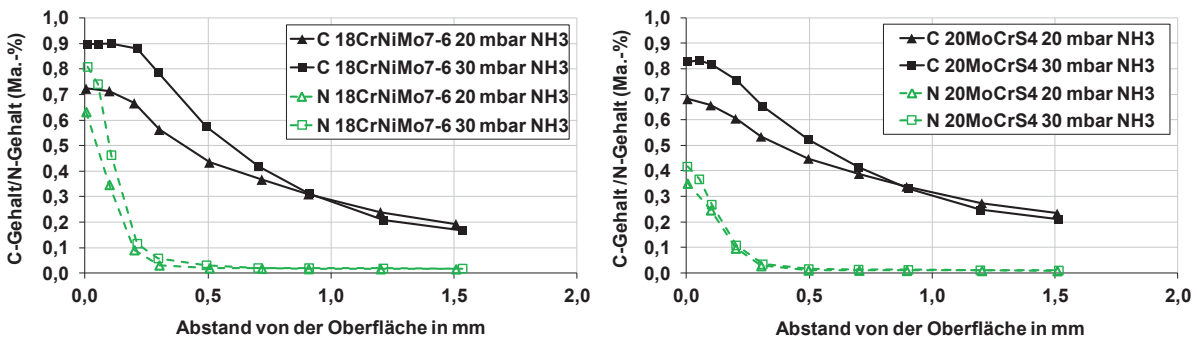


Abbildung 62: Niederdruck-Carbonitrieren ModulTherm, Variation des Drucks der NH<sub>3</sub>-Zugabe

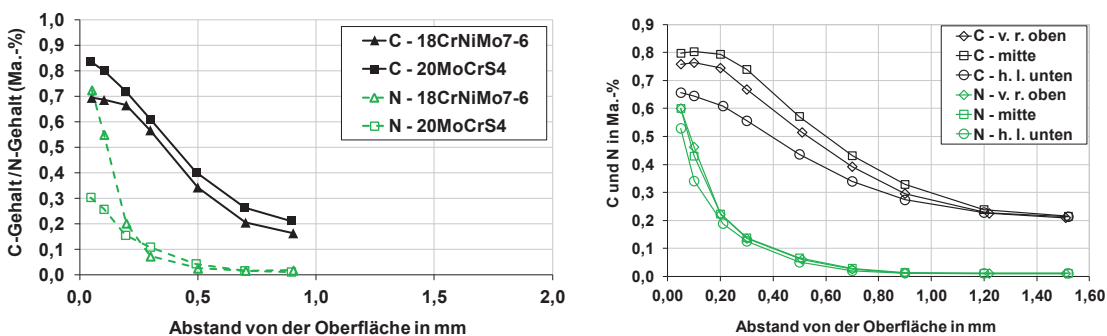
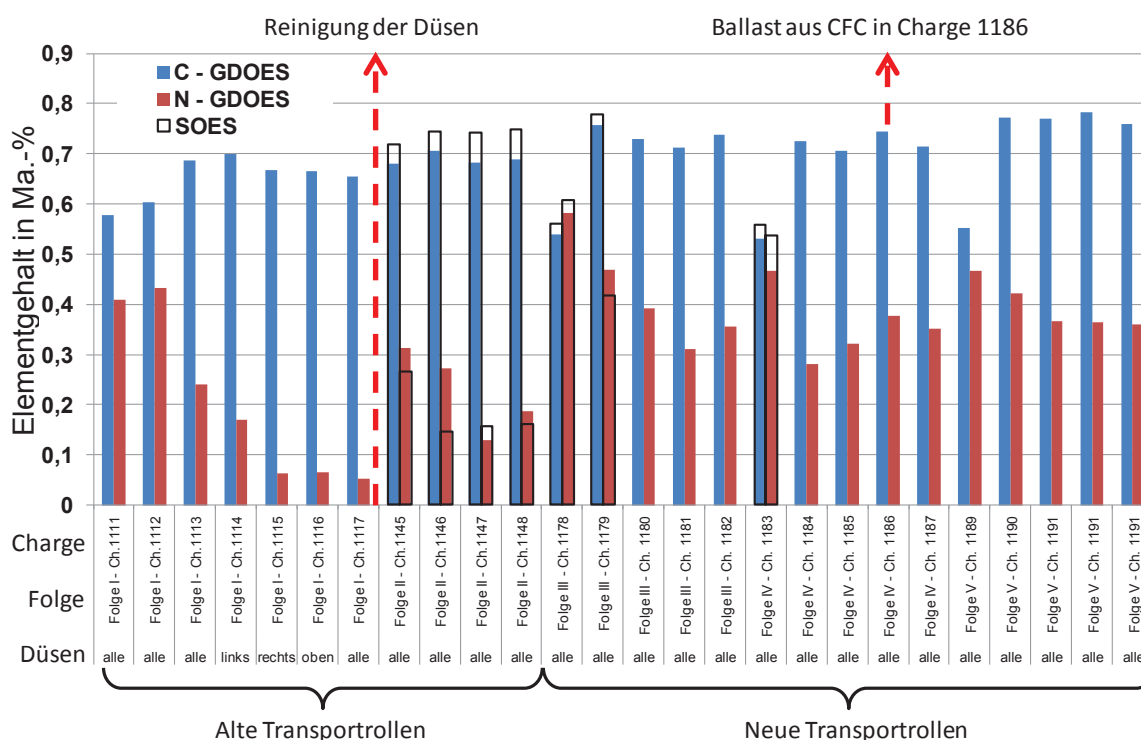


Abbildung 63, links: Kohlenstoffaufnahme bei reiner Ammoniakzugabe in der ModulTherm, rechts: Gleichmäßigkeit einer Charge der RVTC bei Niederdruck-Carbonitrieren mit NH<sub>3</sub>-Zugabe in allen Diffusionssegmenten an einem 18CrNi8

Was aus den Ergebnissen ebenfalls direkt ersichtlich wurde, ist eine legierungsbedingte maximale Aufnahme von Stickstoff. Beide Proben stammen aus dem selben in Abbildung 63 links ausgewerteten Prozess.

Abbildung 64 zeigt S- und GD-OES-Analysen eines während der Bearbeitungszeit wiederholt gefahrenen Vergleichsprozesses und wesentliche technische Änderungen bzw. Eingriffe an der RVTC. Die relevantesten Unterschiede entstanden zunächst nach der Reinigung der Einblasdüsen und durch den Wechsel der für den Chargeträgertransport von Heiz- in die Abschreckkammer genutzten Rollen. Zusätzlich zur Nummer der "Folge" ist die Chargennummer (Ch.) angegeben. Diese lässt Rückschluss darüber zu, wie viele andere Prozesse zwischen den Folgen lagen. Bis zur vierten Wiederholung des gleichen Prozesses fiel vor

allem der Randstickstoffgehalt ab. Wie in Abbildung 64 dargestellt, wird dieser Trend in Ch. 1186 (Folge IV) durchbrochen. Dies wurde durch zusätzlichen Ballast aus CFC-Platten erreicht. Aufgrund dieser Ergebnisse besteht vermutlich ein Zusammenhang mit dem Feuchtegehalt der Ofenatmosphäre bzw. mit Sauerstoff. Da alle Komponenten, die durch diesen Ballast eingebracht wurden (Wasserstoff, Kohlenstoff, Sauerstoff), bis auf den Sauerstoff entweder in den technischen Gasen oder den Ofenwerkstoffen vorkommen, liegt die Annahme nahe, dass Sauerstoff eine entscheidende Rolle bei einem Niederdruck-Carbonitrieren spielt. Es sind bereits Untersuchungen zu vergleichenden Messungen mit



**Abbildung 64: Formierungsdokumentation RVTC [Fra17]**

einer Sauerstoffsonde in der RVTC und der ModulTherm beauftragt, jedoch liegen bisher keine Ergebnisse vor, die diese These untermauern. Weitere Angaben zu diesem Sachverhalt befinden sich in Kapitel 6.2.

### 5.1.1 Kurzzeit-Carbonitrieren des 18CrNiMo7-6 bei anlagenbedingter, unzureichender Stickstoffaufnahme

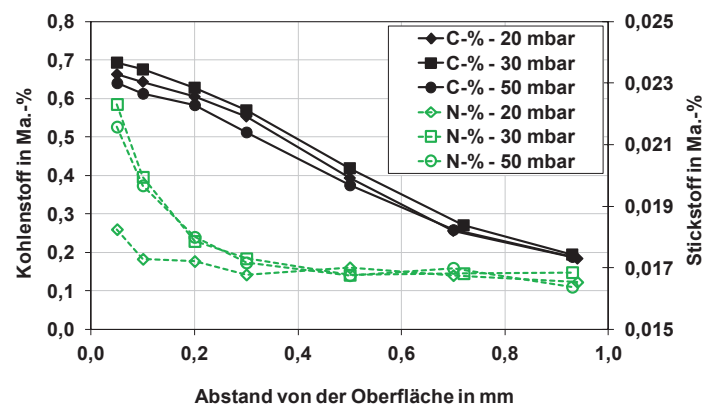
Abbildung 65 zeigt die mittels S-OES erstellten Stoffprofile von Couponproben, die bei unterschiedlichen  $\text{NH}_3$ -Drücken einem Kurzzeit-Niederdruck-Carbonitrieren im Absenk- und Halte-segment auf Härtetemperatur unterzogen wurden. Die erhaltenen Ergebnisse fügen sich nicht in die in der Literatur veröffentlichten Werte ein, stellen aber den technischen Stand der

RVTC zum Zeitpunkt der betreffenden Untersuchungen dar. Weitere Erläuterungen hierzu sind in den Kapiteln 4.4, 5.1 und 6.2 enthalten.

Prozess: (940°C, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, 4 mbar) 2.20..1.10..1,5.10..1,5.50..

(840 °C, NH<sub>3</sub>, 20/30/50 mbar)20.20/30/60

Während bei 20 mbar Druck und 1000 nl/h Ammoniakzugabe nur geringfügig über dem Kerngehalt liegende Randstickstoffgehalte erreicht wurden, sind bei 30 mbar schon eindeutig höhere Gehalte erreicht worden. Hier lag der Randgehalt bei ca. 0,022 Ma.-% Stickstoff in einem Abstand von 0,05 mm von der Oberfläche. Eine weitere Erhöhung des Ofendrucks auf 50 mbar brachte keine weitere Steigerung des Randstickstoffgehalts mit sich. Die Randkohlenstoffgehalte variierten nur geringfügig zwischen 0,64 und 0,69 Ma.-%. Die resultierenden Restaustenitgehalte durch den zusätzlichen Stickstoff in der Randschicht sind in Abbildung 66 dargestellt. Der Maximalwert von 26 Vol.-% wird von der Probe erreicht, die in Summe den größten Gehalt an Interstitutionselementen (0,72 Ma.-%, 30 mbar) aufnahm. Der Versuch mit 20 mbar und in Summe ca. 0,68 Ma.-% führte zu einem Restaustenitgehalt von ca. 18 Vol.-% nahe den 14 Vol.-% des Versuchs mit 50 mbar (Summe C+N: 0,66 Ma.-%).



**Abbildung 65: 18CrNiMo7-6, Elementtiefenverläufe nach Kurzzeit-Carbonitrieren mit unterschiedlichen NH<sub>3</sub>-Drücken**

In weiteren Versuchen kurzzeit-niederdruck-carbonitrierte Proben mit variierten Haltedauern und einem NH<sub>3</sub>-Druck von 100 mbar enthielten nach Analyse mittels S-OES die in Abbildung 67 angegebenen Stickstoffgehalte in 0,05 mm Randabstand. Dieser stieg mit 0,02 Ma.-% bei 20 Minuten Haltezeit über 0,023 bei 30 Minuten Haltezeit auf 0,026 Ma.-% bei 60 Minuten. Die Randkohlenstoffgehalte befinden sich zwischen 0,63 und 0,7 Ma.-%.



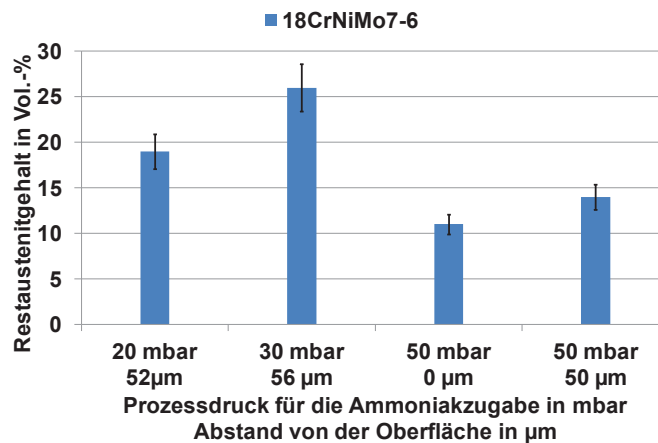


Abbildung 66: 18CrNiMo7-6, Restaustenitgehalte nach Kurzzeit-Niederdruck-Carbonitrieren

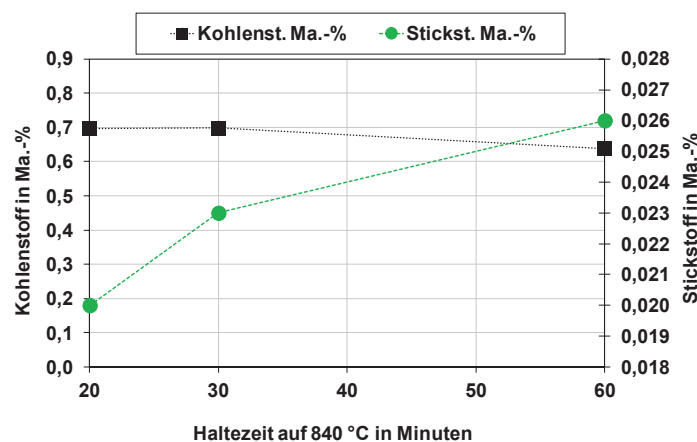


Abbildung 67: 18CrNiMo7-6, Einfluss der Haltezeit und Ammoniakzugabe auf die Stickstoffaufnahme im Randabstand von 0,05 mm ( $\text{NH}_3$ -Druck 100 mbar)

### 5.1.2 Kurzzeit-Carbonitrieren des 20CrMo4 bei anlagenbedingter, unzureichender Stickstoffaufnahme

Die erhaltenen Ergebnisse fügen sich nicht in die in der Literatur veröffentlichten Werte ein, stellen aber den technischen Stand der RVTC zum Zeitpunkt der betreffenden Untersuchungen dar. Weitere Erläuterungen hierzu sind in den Kapiteln 4.4, 5.1 und 6.2 enthalten.

Abbildung 68 zeigt die mittels S-OES erstellten Stoffprofile von Couponproben, die bei unterschiedlichen  $\text{NH}_3$ -Drücken, einem Niederdruck-Carbonitrieren im Absenk- und Haltesegment auf Härtetemperatur unterzogen wurden.

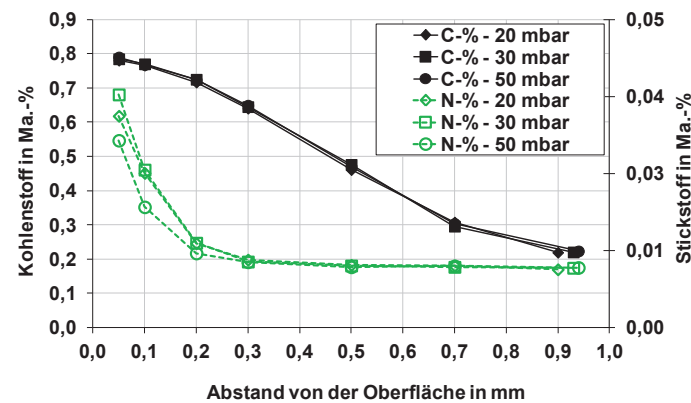
Prozess: (940°C,  $\text{C}_2\text{H}_2$ , 4 mbar)1,5.10..1.10..1.10..1.10..1.35..

(840 °C,  $\text{NH}_3$ , 20/30/50 mbar)20.20/30/60

Während bei 20 mbar Druck und 1000 l/h Ammoniakzugabe bereits deutlich über dem Kerngehalt liegende Stickstoffrandgehalte erreicht wurden, stellten sich bei 50 mbar schon eindeutig geringere Gehalte ein. Hier lag der Randgehalt bei ca. 0,03 Ma.-% Stickstoff in einem Abstand von 0,05 mm von der Oberfläche. Eine weitere Absenkung des Ofendrucks auf 30 mbar ergab Randstickstoffgehalte von 0,035 Ma.-%.

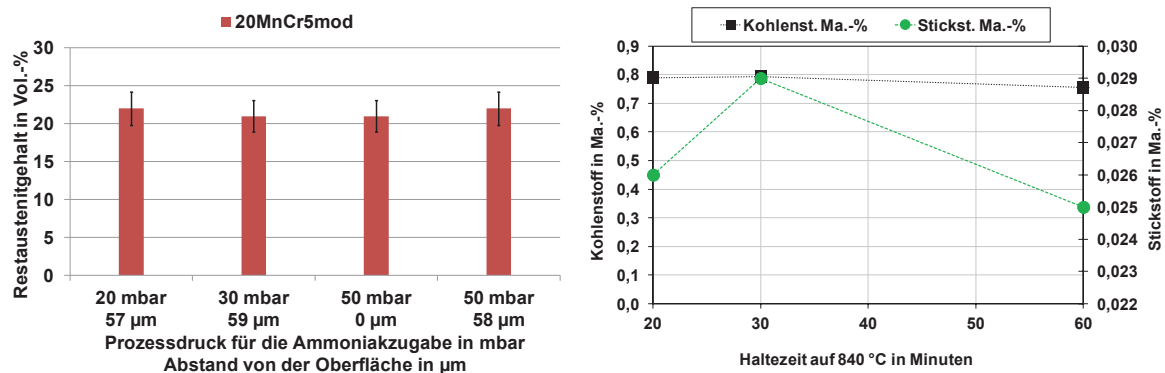
Die Randkohlenstoffgehalte sowie die Profilausprägung variierten kaum. Sie lagen zwischen 0,78 und 0,79 Ma.-%.

Die resultierenden Restaustenitgehalte durch den zusätzlichen Stickstoff in der Randschicht sind in Abbildung 69 dargestellt. Die Schwankungen lagen hier, sowie die Analysenergebnisse der S-OES so dicht aneinander, dass man keine Aussage über die Einflüsse des Interstitutionselementgehalts auf den Restaustenitgehalt machen konnte.



**Abbildung 68:** 20CrMo4, Stofftiefenprofile nach Kurzzeit-Carbonitrieren mit unterschiedlichen  $\text{NH}_3$ -Drücken und technisch überholtem Stand der Ipsen RVTC

In weiteren Versuchen kurzzeit-niederdruck-carbonitrierte Proben mit variierten Haltezeiten bei gleichem  $\text{NH}_3$ -Druck von 100 mbar enthielten nach Analyse mittels S-OES die in Abbildung 69 rechts angegebenen Stickstoffgehalte in 0,05 mm Randabstand. Dieser steigt mit 0,024 Ma.-% bei 20 Minuten Haltezeit auf 0,029 bei 30 Minuten Haltezeit und fällt auf 0,025 Ma.-% bei 60 Minuten. Die Randkohlenstoffgehalte befanden sich zwischen 0,76 und 0,79 Ma.-%.

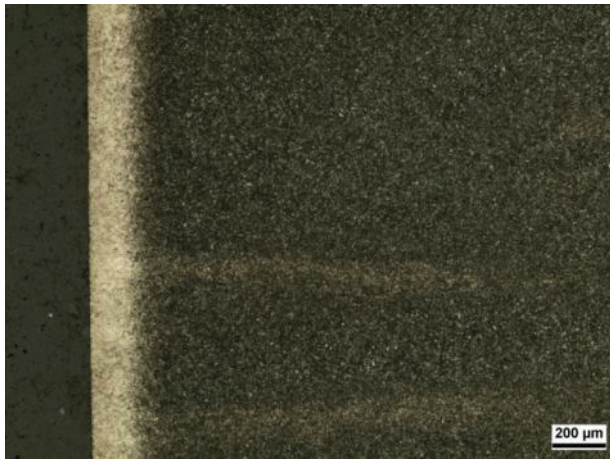


**Abbildung 69:** 20CrMo4, links: Restaustenitgehalte nach unterschiedlichem Niederdruck-Carbonitrieren, rechts: Einfluss der Haltedauer und Ammoniakzugabe auf die Stickstoffaufnahme im Randabstand von 0,05 mm ( $\text{NH}_3$ -Druck 100 mbar)

## 5.2 18CrNiMo7-6 - Ergebnisse

### 5.2.1 Carbidbildung und Wiederauflösung

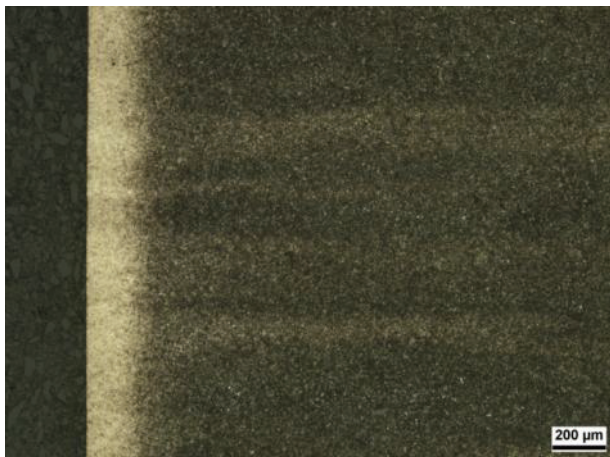
Es wurde festgestellt, dass der 18CrNiMo7-6 bereits nach 45 s Aufkohlpulsdauer Carbide auf der Oberfläche und in den Korngrenzenzwickeln bildete (Abbildung 76). Metallographische Schliffbilder von Proben aus 18CrNiMo7-6, wobei die Wärmebehandlung nach verschiedenen Prozessschritten unterbrochen wurde, sind in den Abbildung 70 bis Abbildung 79 dargestellt. Bereits nach dem ersten Aufkohlungssegment waren im Schliffbild dunkel anätzende Korngrenzen erkennbar, die sich auch im weiteren Prozessverlauf immer einstellten, aber nach angeschlossener Diffusion verschwanden. Der vollständig durchlaufene Prozess (940°C)0,5.10..0,5.15..0,5.17..0,5.20..0,5.24..0,5.24..0,5.24 führte nach dem Abschrecken zu einer carbidgefreien Randschicht (Abbildung 79).



**Abbildung 70: 18CrNiMo7-6, Randschicht, Prozess: (940 °C)2.5**



**Abbildung 71: 18CrNiMo7-6, Randschicht, Prozess: (940 °C)2.5**

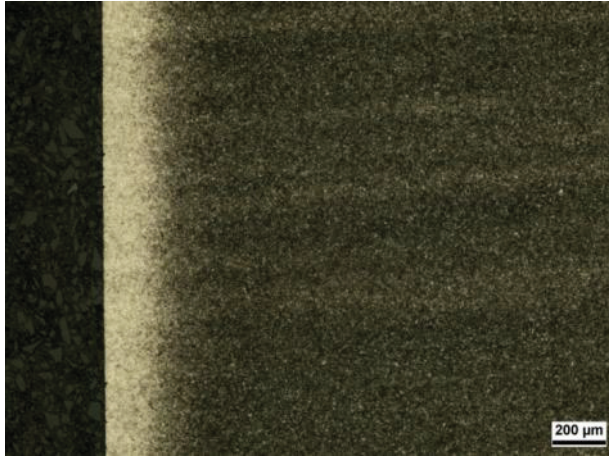


**Abbildung 72: 18CrNiMo7-6, Randschicht, Prozess: (940 °C)2.10**

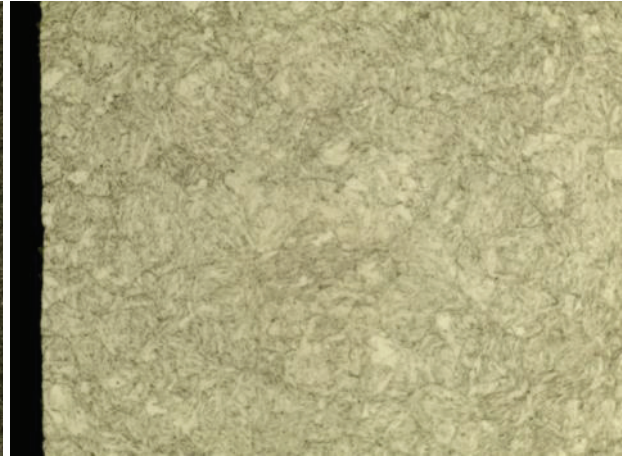


**Abbildung 73: 18CrNiMo7-6, Randschicht, Prozess: (940 °C)2.10**

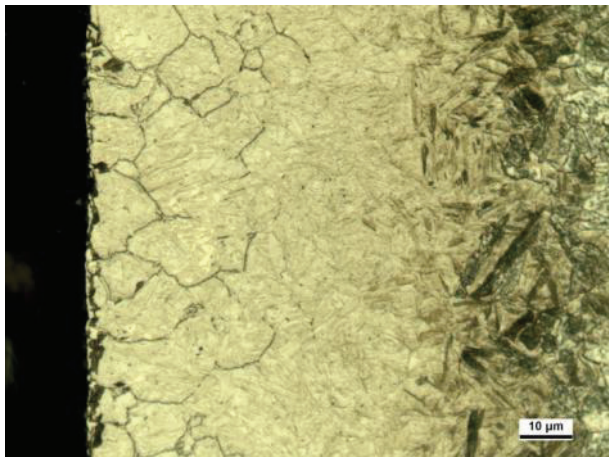




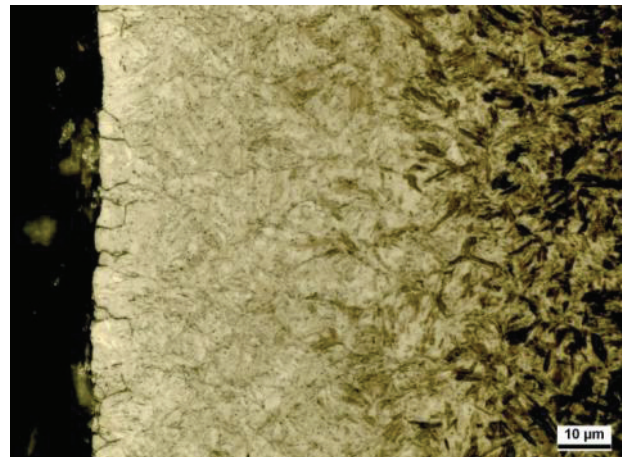
**Abbildung 74: 18CrNiMo7-6, Randschicht, Prozess: (940 °C)2.15**



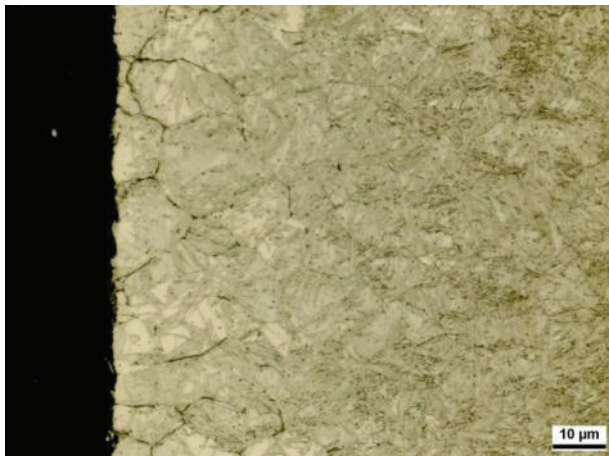
**Abbildung 75: 18CrNiMo7-6, Randschicht, Prozess: (940 °C)2.15**



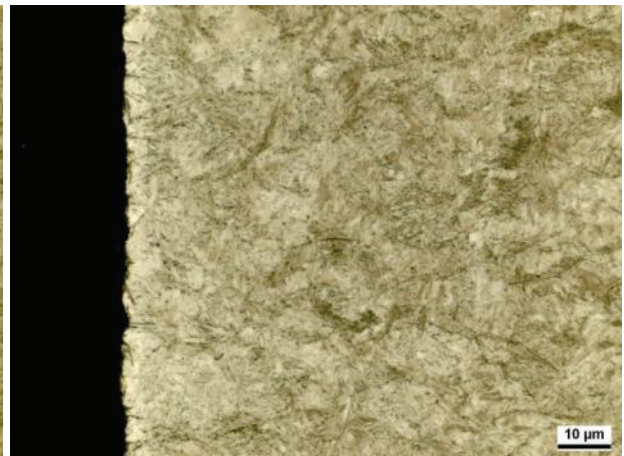
**Abbildung 76: 18CrNiMo7-6, Aufkohlen bei 940 °C, 4 mbar und 10 ml/min C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> für 45s**



**Abbildung 77: 18CrNiMo7-6, Randschicht, Prozess: (940°C)0,5.10..0,5**



**Abbildung 78: 18CrNiMo7-6, Prozess: (940°C)0,5.10..0,5.15..0,5.17..0,5.20..0,5.24.0,5.24..0,5**



**Abbildung 79: 18CrNiMo7-6, Prozess: (940°C)0,5.10..0,5.15..0,5.17..0,5.20..0,5.24.0,5.24..0,5.24**

Die jeweils nach den verschiedenen Prozessschritten vorliegenden Randkohlenstoffgehalte wurden mit Hilfe einer GD-OES analysiert. Wie in Abbildung 80 zu erkennen ist, lag nach der ersten Prozessunterbrechung ((940°C)0,5.10..0,5) ein Randkohlenstoffgehalt von ca.

1,1 Ma.-% vor. Alle anderen Analysen zeigten ein ähnliches Tiefenprofil bis zu einem Randgehalt von 1,1 Ma.-%. Der Kohlenstoffgehalt im Randbereich stieg dann im fortschreitenden Prozess, um schließlich nach dem letzten Diffusionsschritt auf ca. 0,6 Ma.-% abzusinken.

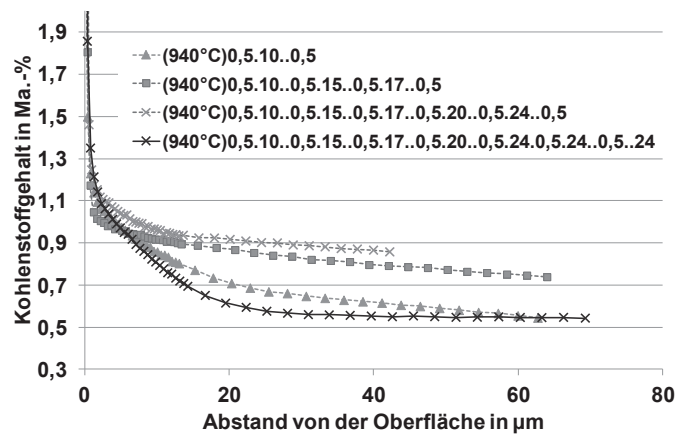


Abbildung 80: 18CrNiMo7-6, GD-OES-Analysen des nach verschiedenen Prozessschritten abgebrochenen Niederdruck-Aufkohlens

## 5.2.2 Effusionsuntersuchungen

### 5.2.2.1 Einfluss einer Voroxidation auf die Manganeffusion an 18CrNiMo7-6

Wie den Abbildung 81 und 82 entnommen werden kann, hatte eine Voroxidation keinerlei Einfluss auf die Manganeffusion des 18CrNiMo7-6. In allen Fällen sank der Mangangehalt am Rand auf etwa 0,1 Massenprozent Mangan ab. Auch die Voroxidationstemperaturen von 500 °C und 550 °C ergaben diese Stofftiefenprofile.

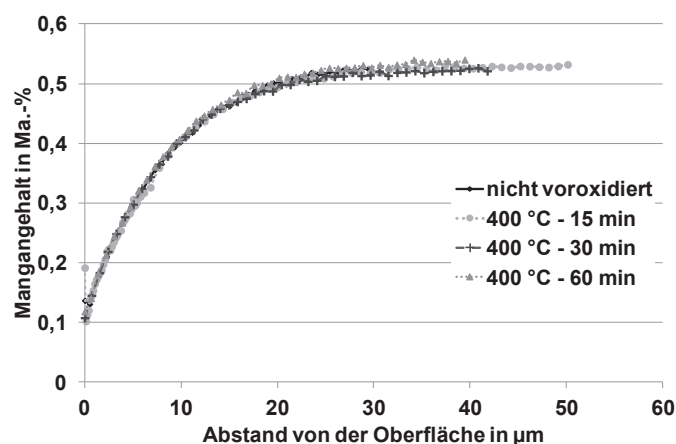


Abbildung 81: 18CrNiMo7-6, Tiefenverlauf des Mangangehalts nach Voroxidation bei 400 °C und erfolgreichem Niederdruck-Aufkohlen

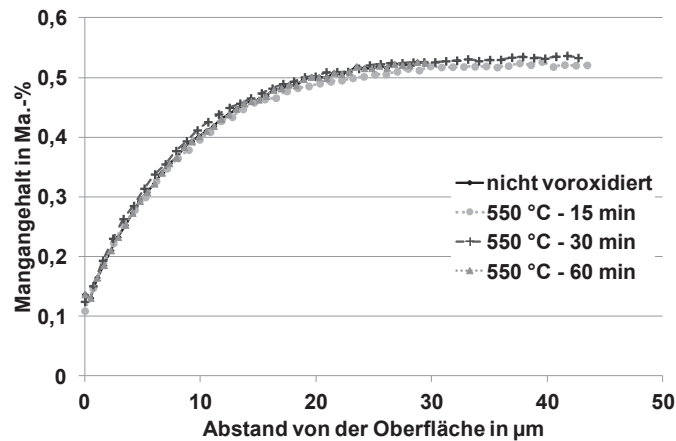


Abbildung 82: 18CrNiMo7-6, Tiefenverlauf des Mangangehalts nach Voroxidation bei 550 °C und erfolgreichem Niederdruck-Aufkohlen

#### 5.2.2.2 Einfluss einer Voroxidation auf die Stickstoffeffusion an 18CrNiMo7-6

Wie den Abbildung 83, 84 und 85 entnommen werden kann, hatte eine Voroxidation keinerlei Einfluss auf die Stickstoffeffusion des 18CrNiMo7-6. In allen Fällen sank der Stickstoffgehalt am Rand auf etwa 120 ppm ab.

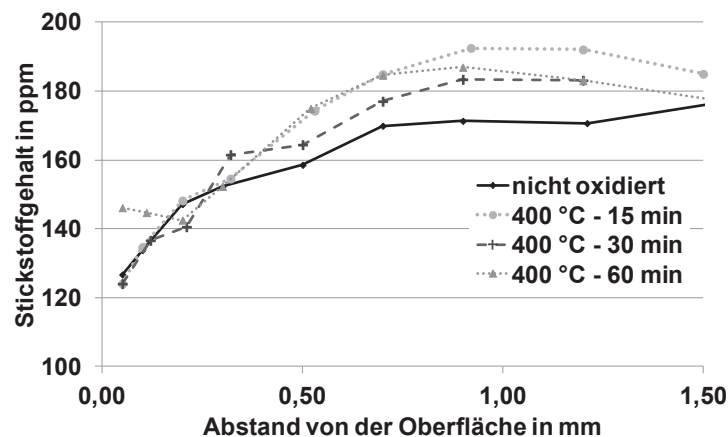


Abbildung 83: 18CrNiMo7-6, Stickstoffeffusion nach Voroxidation bei 400 °C und Niederdruck-Aufkohlen

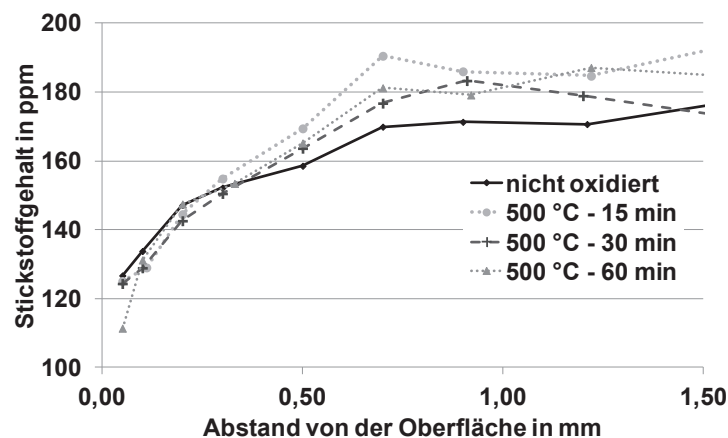


Abbildung 84: 18CrNiMo7-6, Stickstoffeffusion nach Voroxidation bei 500 °C und Niederdruck-Aufkohlen



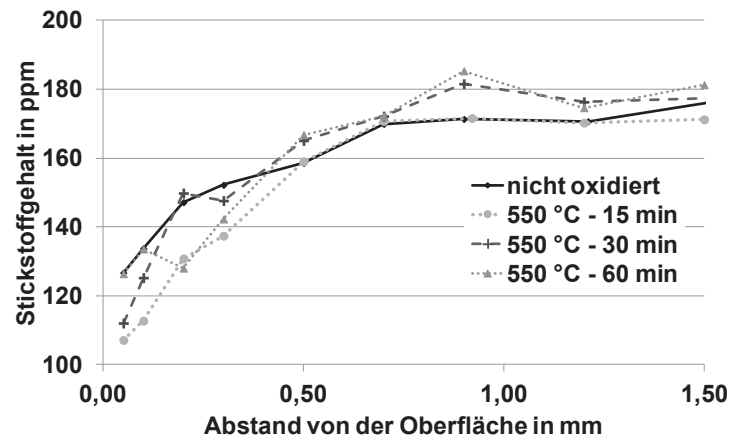


Abbildung 85: 18CrNiMo7-6, Stickstoffeffusion nach Voroxidation bei 550 °C und Niederdruck-Aufkohlen

### 5.2.3 Thermisches Ätzen nach Voroxidation im Luftumwälzofen

Die folgende Abbildung zeigt den Kohlenstoffverlauf des 18CrNiMo7-6 nach erfolgtem Niederdruck-Aufkohlen. Alle Proben (nicht voroxidierte und voroxidiert) wurden in dieser Charge wärmebehandelt. Die Vorgaben für Randkohlenstoffgehalt und Aufkohlungstiefe wurden eingehalten.

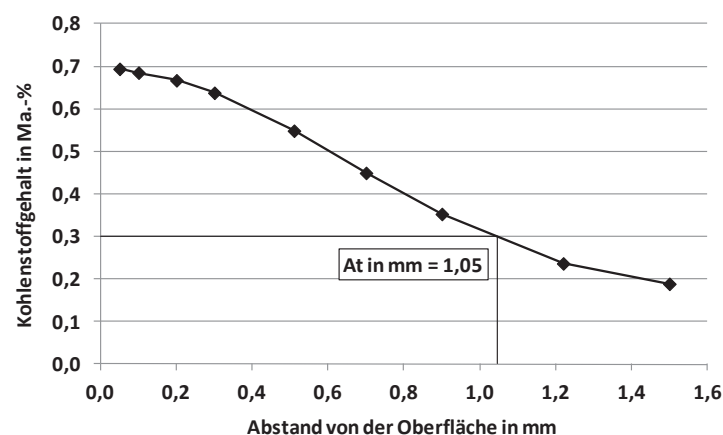
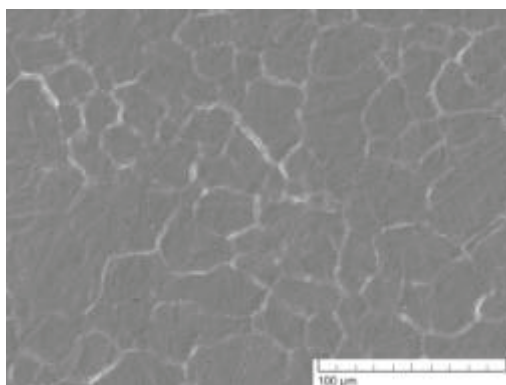
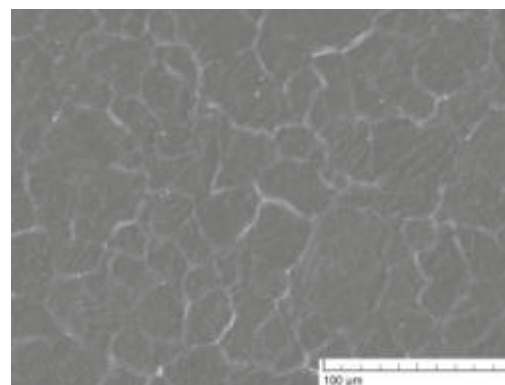


Abbildung 86: Kohlenstoffverlauf des Werkstoffs 18CrNiMo7-6 nach der Niederdruck-Aufkohlung

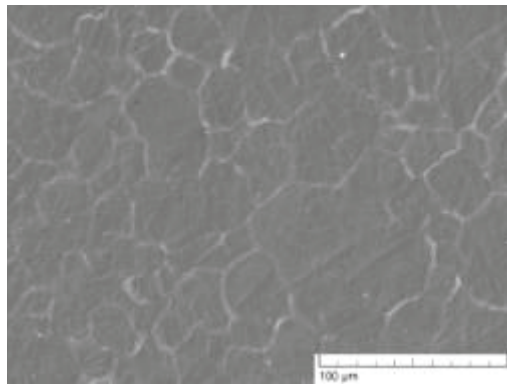
In Abbildung 87 sind exemplarisch REM-Aufnahmen der Proben im Referenzzustand und Voroxidation mit angeschlossenen Niederdruck-Aufkohlen dargestellt. Es ist kein signifikanter Unterschied zwischen den Korngrenzenstrukturen zu sehen.



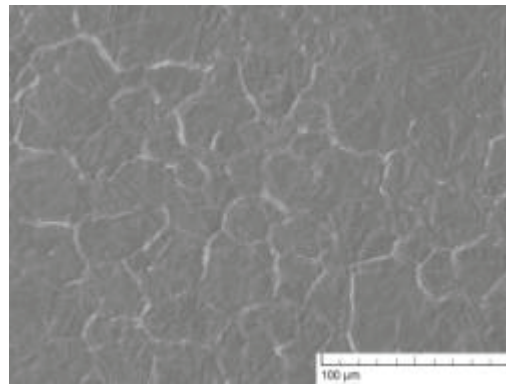
poliert + aufgekohl



poliert + 550 °C/15 min + aufgekohl



poliert + 550 °C/30 min + aufgekühlt



poliert + 550 °C/60 min + aufgekühlt

**Abbildung 87: 18CrNiMo7-6, REM-Aufnahmen nach Voroxidation bei 500 °C im LUO und anschließendem Niederdruck-Aufkohlen**

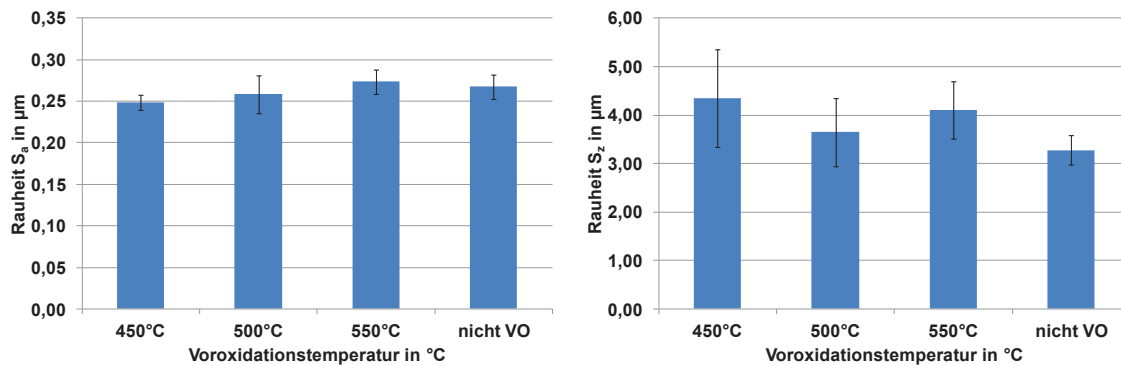
Die Analyse der Oberflächen mit Hilfe des REM und einer anschließenden Auswertung mit der Software MeX der Fa. Alicona ergab die in Tabelle 5-2 angegebenen Werte. Die grafische Darstellung der Messungen in einer farblich abgesetzten Topografie zeigte in nahezu allen Fällen an den offenbar "tiefsten" Oberflächenbereichen mit steilen Kanten weiße Bereiche. Das bedeutet, dass diese eigentlichen Messstellen durch dieses Verfahren nicht mehr ausgewertet werden können. Weitere Ausführungen zu diesem Umstand befinden sich in Kapitel 6.3.1.

**Tabelle 5-2: Oberflächenrauheit des 18CrNiMo7-6 nach Voroxidation und Niederdruck-Aufkohlung**

| Wärmebehandlung             | Sa [nm] | Stand.-Abw. [nm] | Sv [µm] | Stand.-Abw. [µm] |
|-----------------------------|---------|------------------|---------|------------------|
| Nicht oxidiert + aufgekühlt | 295     | 11               | 2,28    | 0,12             |
| 400 °C/15 min + aufgekühlt  | 288     | 13               | 2,18    | 0,39             |
| 400 °C/30 min + aufgekühlt  | 322     | 14               | 2,96    | 0,56             |
| 400 °C/60 min + aufgekühlt  | 301     | 20               | 3,44    | 0,85             |
| 500 °C/15 min + aufgekühlt  | 266     | 11               | 1,98    | 0,19             |
| 500 °C/30 min + aufgekühlt  | 312     | 26               | 2,17    | 0,56             |
| 500 °C/60 min + aufgekühlt  | 265     | 2                | 2,43    | 0,48             |
| 550 °C/15 min + aufgekühlt  | 269     | 9                | 1,90    | 0,24             |
| 550 °C/30 min + aufgekühlt  | 309     | 13               | 3,02    | 0,52             |
| 550 °C/60 min + aufgekühlt  | 294     | 26               | 2,59    | 0,74             |

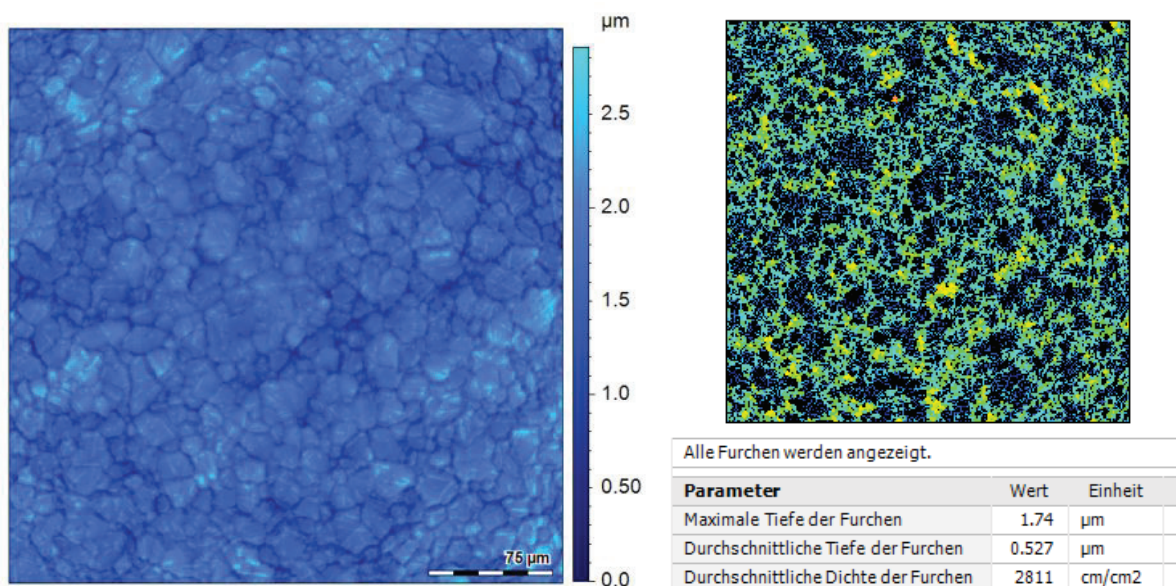
### 5.2.4 Thermisches Ätzen nach geregelter Voroxidation in PGN

Wie auch das REM erlaubt eine Oberflächenanalyse mittels WLI eine Bestimmung der Oberflächenrautiefen  $S_a$  und  $S_z$ . Auf eine Variation der Oxidationsdauer wurde in diesem Fall verzichtet und alle Proben für 1h bei angegebener Temperatur in der Rohde PGN geregelt voroxidiert. Abbildung 88 enthält eine Darstellung der ermittelten Ergebnisse, wobei die Fehlerindikatoren den Mittelwert der Messungen plus-minus einer Standardabweichung betragen.



**Abbildung 88: Oberflächenrauhigkeiten des 18CrNiMo7-6 nach geregelter Voroxidation in PGN**

Zusätzlich zu diesen Kenngrößen ist es mit der Software MountainsMap möglich, weitere statistische Analysen durchzuführen. Schließlich wurden die Parameter maximale Furchentiefe, durchschnittliche Furchentiefe und Furchendichte als vielversprechend zur Oberflächencharakterisierung bei einem thermischen Ätzeffekt ausgewählt. Abbildung 89 zeigt links eine Oberflächentopografie der gemessenen Oberfläche einer Probe aus 18CrNiMo7-6. Man



**Abbildung 89: 18CrNiMo7-6, Furchenanalyse mit DigitalSurf MountainsMap**

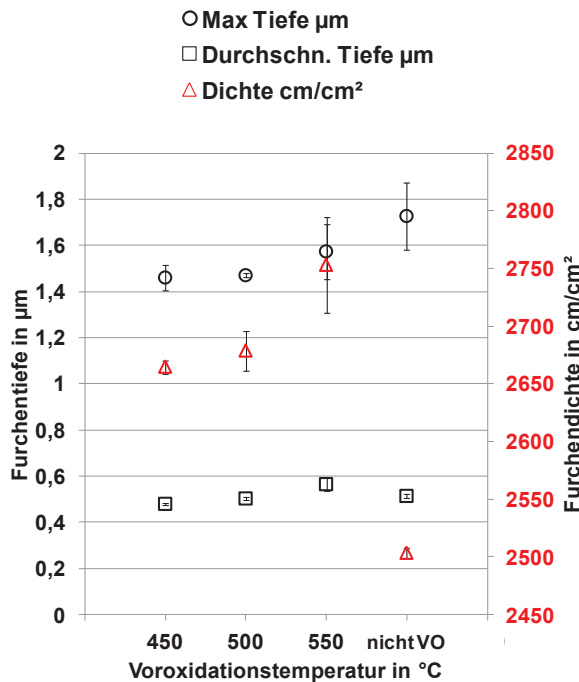


Abbildung 90: 18CrNiMo7-6, Ergebnisse der Furchenanalyse mit DigitalSurf MountainsMap

von 450 °C mit  $1,42 \pm 0,05 \mu\text{m}$  am 18CrNiMo7-6 bzw. 500 °C an 20MoCrS4 mit  $2,87 \pm 0,42 \mu\text{m}$ . An beiden Werkstoffen erreichte die Furchendichte an den nicht voroxidierten Proben mit im Vergleich geringerer Streuung die niedrigsten Werte, besonders an 18CrNiMo7-6.

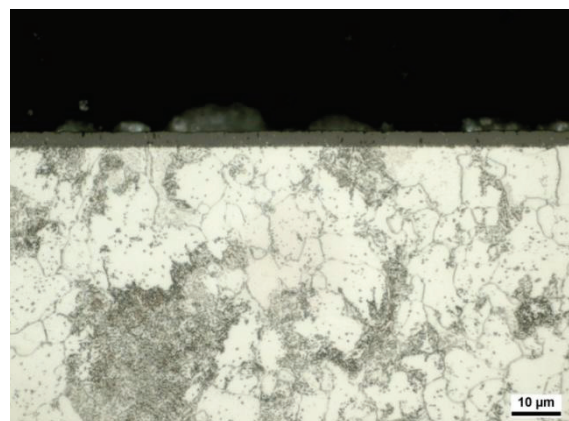


Abbildung 91: 18CrNiMo7-6, Schliffbilder nach VOX  
links, oben: nur voroxidiert, nicht angeätzt  
rechts, oben: voroxidiert und angeätzt  
rechts, unten: voroxidiert + NDAK und angeätzt

erkennt recht deutliche eine sich über hellere Farbtöne absetzende, dunkelblaue Netzstruktur, die als Korngrenzen identifiziert wurde. Rechts zeigt Abbildung 89 die aus dieser Messung abgeleiteten Parameter als grafische Darstellung und zusätzlich Zahlenwerte in der darunter abgebildeten Tabelle. Abbildung 90 fasst die Messungen an je 3 Stellen von je 3 Proben der einzelnen Voroxidationstemperaturen der untersuchten Werkstoffe zusammen. Die innerhalb der Versuchsreihe maximal festgestellte Furchentiefe betrug an den nicht voroxidierten Proben des 18CrNiMo7-6 nach einem Niederdruck-Aufkohlen im Mittel  $1,73 \pm 0,14 \mu\text{m}$ , an 20MoCrS4  $3,7 \pm 0,08 \mu\text{m}$ . Den geringsten Wert erreichte eine Voroxidationstemperatur

Die Voroxidationstemperatur wies an beiden Werkstoffen nur geringen Einfluss auf die durchschnittliche Tiefe auf.

Die Randschicht wies nach der Voroxidation in allen Fällen eine deutliche Schichtbildung auf. Auch nach einem Niederdruck-Aufkohlen konnten einer Randoxidation ähnliche Randschichtbeeinflussungen in den Schliffbildern nachgewiesen werden. Exemplarisch zeigen die Schliffbilder in Abbildung 91 die an 18CrNiMo7-6 aus einer Voroxidation bei 550 °C resultierende Randschicht sowie ein Schliffbild nach einem nachfolgend auf diese Voroxidation durchgeführten Niederdruck-Aufkohlen.

## 5.3 20CrMo4 - Ergebnisse

### 5.3.1 Feinkornbeständigkeit

Die Feinkornbeständigkeit des 20CrMo4 wurde durch Glühbehandlungen mit einer Dauer von 2 h 47 min bei 940 °C, 1050 °C und 1100°C untersucht (siehe 4.5.1.2). Die aufgrund der chemischen Zusammensetzung vermutete bessere Feinkornbeständigkeit im Vergleich zum Lieferzustand stellte sich nach den entsprechenden Vorwärmebehandlungen wie in den folgenden Abbildungen und Diagrammen angegeben dar.

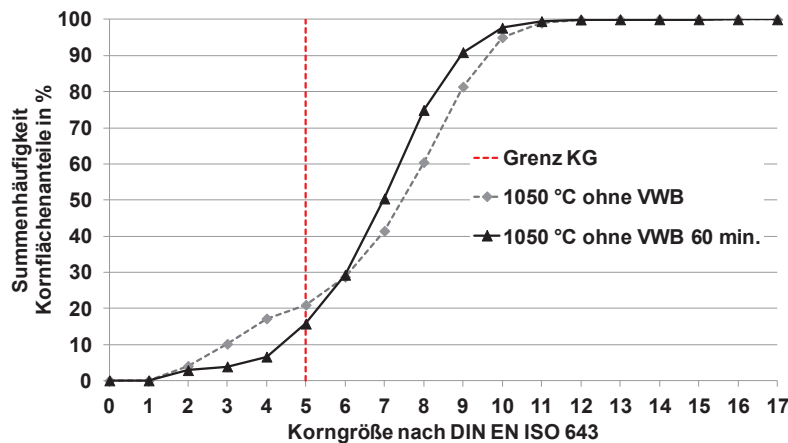


Abbildung 92: 20CrMo4, Feinkornbeständigkeit im Lieferzustand (ohne Vorwärmebehandlung) nach Blindwärmebehandlung bei 1050 °C für 60 Minuten - vgl. ist hier 2 h 47 min.

Eine Wärmebehandlung bei 1050 °C für 60 Minuten war ausreichend für eine CHD von 1,00 mm, erzeugte aber bereits über 15 % Korngrößenanteil der Korngröße größer 6 (Abbildung 92). Die erste Variante einer Verbesserung der Feinkornbeständigkeit sollte über ein Lösungsglügen mit anschließendem isothermen Halten (LGVWB) erreicht werden (LG 1150 °C min - 2 h; AL 950 °C 1,5 h). Das folgende Diagramm zeigt die Varianten Lieferzustand (ohne VWB) und Lösungsglühvorwärmebehandlung (LGVWB) nach erfolgter Blindwärmebehandlung bei 1050 °C mit 2 h 47 min Haltezeit.

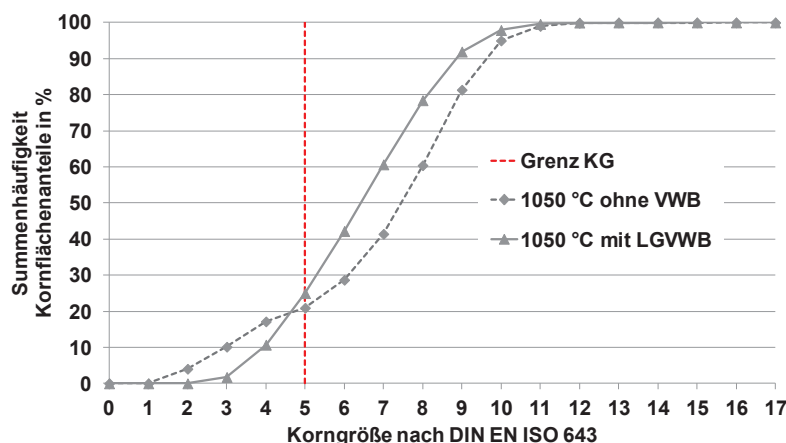


Abbildung 93: 20CrMo4, Feinkornbeständigkeit des nach Lösungsglühvorwärmebehandlung (LGVWB) und anschließender Blindhärtung bei 1050 °C mit 2 h 47 min Haltezeit



Abbildung 93 zeigt, dass zwar der Anteil der Körner größer Korngröße 6 mit ca. 25 % leicht höher liegt. Allerdings sind die Korngrößen 2 bis 4 nur mit ca. 11 % bei LGVWB im Vergleich zu 17 % im Lieferzustand vertreten. Dementsprechend zeigen die Gefügebilder auch direkt Unterschiede in den Anteilen größerer Korngrößen (Abbildung 94 und Abbildung 95).

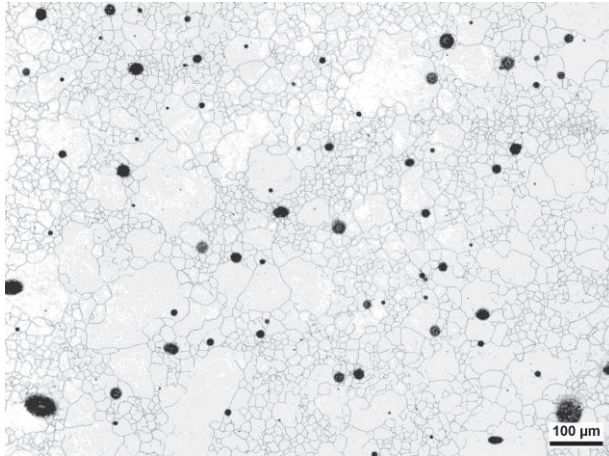


Abbildung 94: Lieferzustand nach Blindwärmebehandlung 1050 °C für 2 h 47 min.

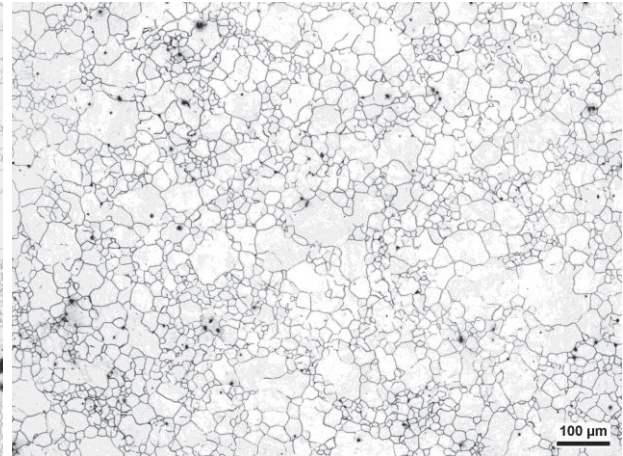


Abbildung 95: LGVWB nach Blindwärmebehandlung 1050 °C für 2 h 47 min.

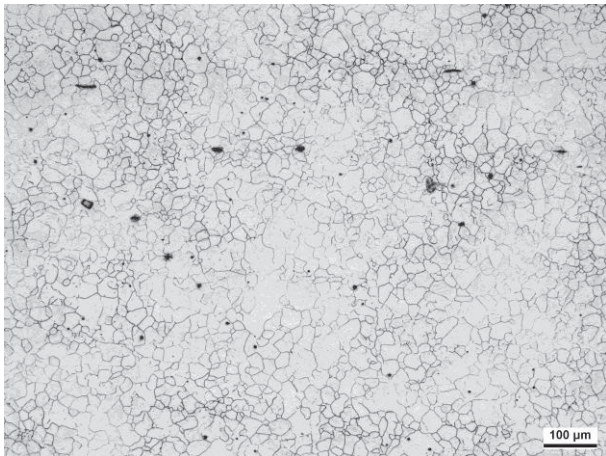


Abbildung 96: 20CrMo4 nach Vorwärmebehandlung mit isothermem Halten und Blindwärmebehandlung bei 1050 °C für 2 h 47 min

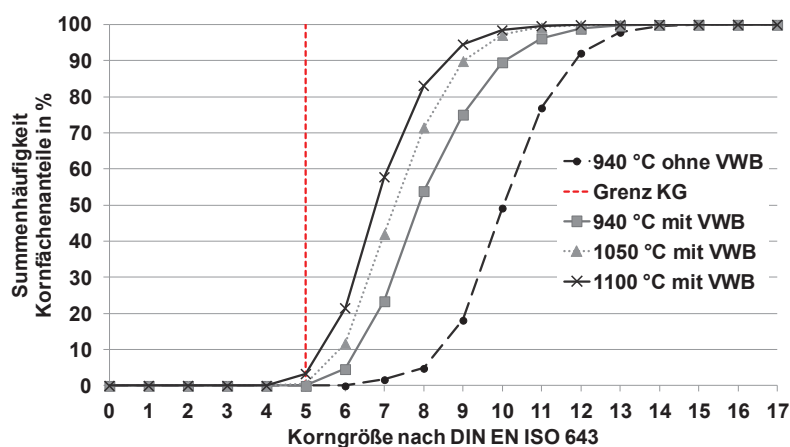


Abbildung 97: 20CrMo4, Korngrößenverteilung, Vorwärmebehandlung siehe 4.5.1.2 (VWB) - anschließende Blindwärmebehandlungen bei 940 °C, 1050 °C und 1100 °C



Im Vergleich von Abbildung 94 und Abbildung 95 zu Abbildung 96 ist deutlich erkennbar, dass die zweite Vorwärmebehandlungsvariante gemäß Kapitel 4.5.2.1 zu feinkörnigeren Gefügen bei Blindwärmebehandlungen mit 1050 °C für 2 h 47 min geführt hat. Alle Blindwärmebehandlungen führten zu nicht mehr als 3,3 % Kornfläche mit Körnern größer Größe 6. Abbildung 97 zeigt jedoch deutlich, dass der Mittelwert durch die VWB im Vergleich zum Ausgangszustand, vor allem bei der Blindwärmebehandlung mit 940 °C, in Richtung gröberes Korn verschoben wird. Aus dem Diagramm entnommen von Korngröße ca. 10 auf etwa 8.

### 5.3.2 Carbiddbildung und Wiederauflösung

Am Stahl 20CrMo4 wurde überprüft, ob es zu einer Stabilisierung der Carbide in sehr langen Aufkohlungssegmenten kommen kann, sodass diese dann in einem anschließenden Diffusionssegment nicht mehr aufgelöst werden können. Nach Simulation eines solchen Prozesses wurde eine Probe in der Thermowage mit folgender Prozessführung niederdruck-aufgekohlt: (940°C)15.60..10.90..(840°C)20.20

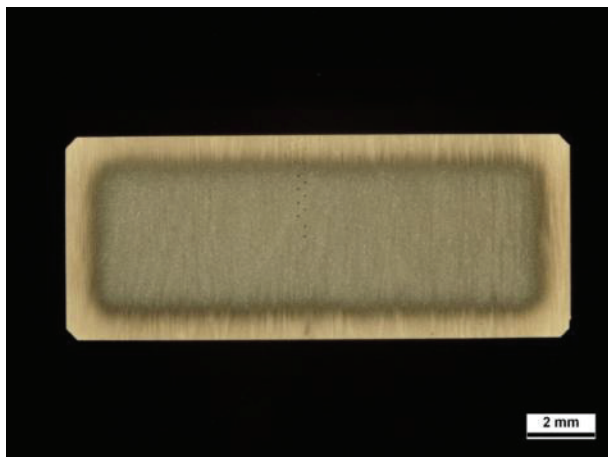


Abbildung 98: 20CrMo4 - At ~ 1 mm



Abbildung 99: 20CrMo4 - Randbereich

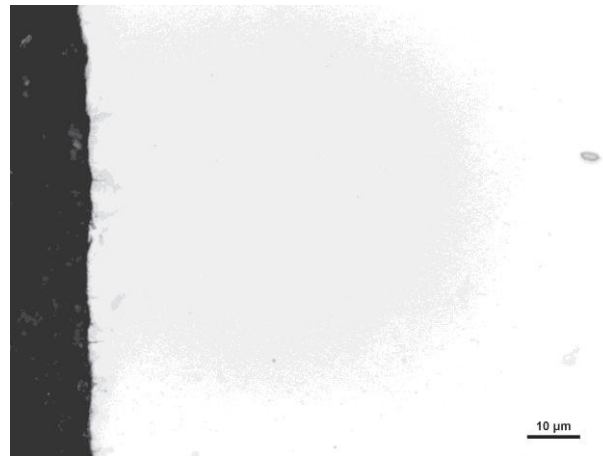
Das randnahe Gefüge war selbst nach solch langen Aufkohlungssegmenten nach ausreichender Diffusionsdauer carbidgefrei.

Die direkte Randzone zeigte allerdings nicht-martensitische Gefügebestandteile, die sich aufgrund einer leichten Randoxidation nach längerem Kontakt der Retorte mit Umgebungsluft und der ersten folgenden Wärmebehandlung eingestellt hatten.

Die Probe wurde weiterhin in der Metallographie mit Sonderätzungen auf Carbide untersucht. Abbildung 100 zeigt ein Schliffbild nach erfolgter Ätzung auf Sondercarbide mit Natriumpikrat, welches Sondercarbide und Zementit „einfärbt“. Chromcarbide werden bei dieser Präparationsvariante nicht sichtbar. Anschließend wurde mit Kaliumpermanganat auf hochchromhaltige Carbide geätzt (Abbildung 101). Schließlich zeigt Abbildung 102 eine Ätzbehandlung nach Murakami auf chromhaltige und Sondercarbide. Es ist ersichtlich, dass sich in keinem der Fälle unter dem Lichtmikroskop Carbide nachweisen ließen.



**Abbildung 100: Ätzung auf Sondercarbide und Zementit (keine Chromcarbide) Natriumpikrat**



**Abbildung 101: Ätzung auf hoch chromhaltige Carbide  $M_{23}C_6$  - Kaliumpermanganat**



**Abbildung 102: Ätzung auf Sondercarbide und chromhaltige Carbide  $M_6C$  /  $M_7C_3$  - Murakami**

Der Härteverlauf der Probe aus Abbildung 98 erreichte nicht die angestrebte CHD. Dies lag an der Sättigung der Oberfläche mit diffusionsfähigem Kohlenstoff im weiteren Verlauf der Aufkohlungssegmente, die von dem eingesetzten Simulationsmodell noch nicht berücksichtigt wurde.

Am 20CrMo4 wurden ebenfalls Untersuchungen zur Carbidbildung während eines auf die Vermeidung von Carbidbildung ausgelegten Prozesses durchgeführt. Abbildung 103 bis Abbildung 106 zeigen metallographische Schliffbilder von Proben aus Wärmebehandlungen, die nach den verschiedenen Prozessschritten abgebrochen wurden.

Eine Belegung der Korngrenzen war hier im Gegensatz zum Werkstoff 18CrNiMo7-6 nicht erkennbar. Die Randschicht war lichtmikroskopisch carbidfrei.

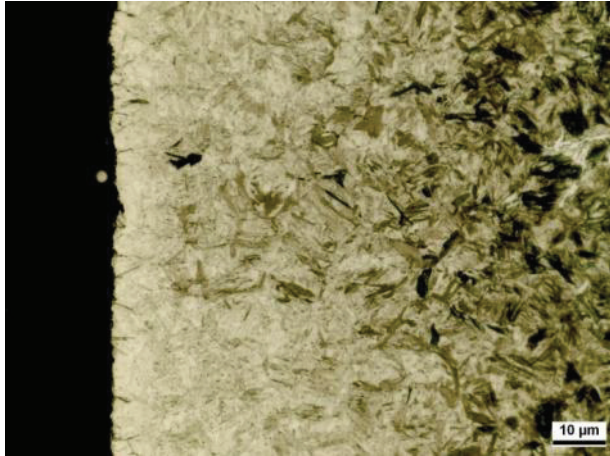


Abbildung 103: 20CrMo4, Prozess:  
(940°C)0,5.10..0,5



Abbildung 104: 20CrMo4, Prozess:  
(940°C)0,5.10..0,5.15..0,5.17..0,5

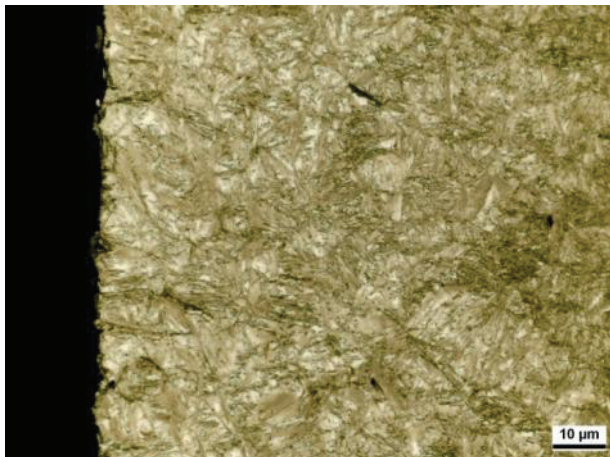


Abbildung 105: 20CrMo4, Prozess:  
(940°C)0,5.10..0,5.15..0,5.17..0,5.20..0,5

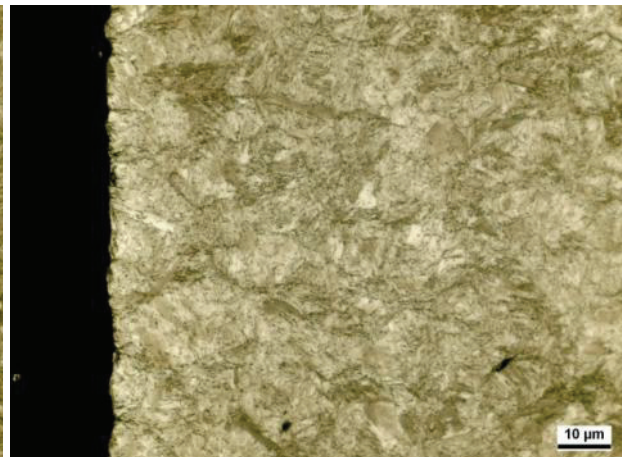


Abbildung 106: 20CrMo4, Prozess:  
(940°C)0,5.10..0,5.15..0,5.17..0,5.20..0,5.24.0,5.24

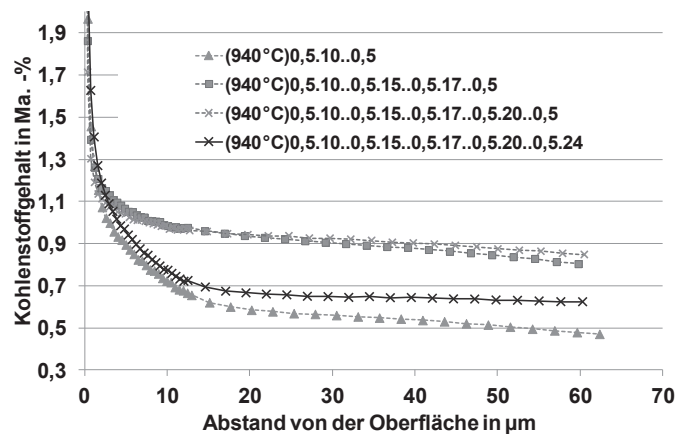


Abbildung 107: 20CrMo4, GD-OES-Analysen des nach verschiedenen Prozessschritten abgebrochenen Aufkohlens

Die sich jeweils nach den einzelnen Prozessschritten einstellenden Randkohlenstoffgehalte sind in Abbildung 107 dargestellt. Nach einem steilen Abfall auf 1,3 bis 1,1 Ma.-% Kohlenstoff knickten die Tiefenprofile ab. Während sich nach dem 2. Aufkohlungssegment erst Gehalte von ca. 0,6 Ma.-% einstellten, stieg der Kohlenstoffgehalt im Prozessverlauf auf Gehal-

te um 0,9 Ma.-%. Zum Ende des Prozesses sank dieser dann nach dem letzten Diffusionssegment auf den angestrebten Wert von 0,7 Ma.-%.

### 5.3.3 Effusionsuntersuchungen

#### 5.3.3.1 Einfluss von Stickstoffpartialdrücken auf die Manganeffusion

Das folgende Diagramm zeigt Ergebnisse einer Wärmebehandlung in der Thermowaage auf 1 mm Aufkohlungstiefe bei 940 °C und fallweiser Zugabe von Stickstoff während der

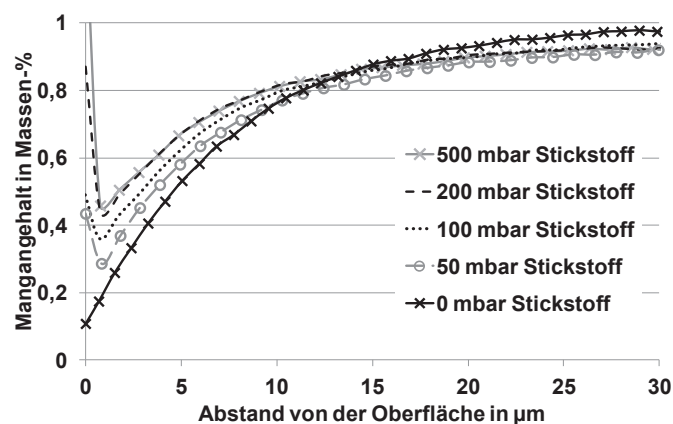


Abbildung 108: 20CrMo4, Einfluss von Stickstoffzugabe in den Diffusions- und Haltesegmenten auf die Manganeffusion

Diffusionssegmente zur Steigerung des Ofendrucks. Während sich bei einer Wärmebehandlung ohne die Zugabe von Stickstoff im direkten Randbereich Mangangehalte um 0,1 Ma.-% einstellen, ergeben sich mit Stickstoffzugabe und steigendem Stickstoffdruck bis 200 mbar in

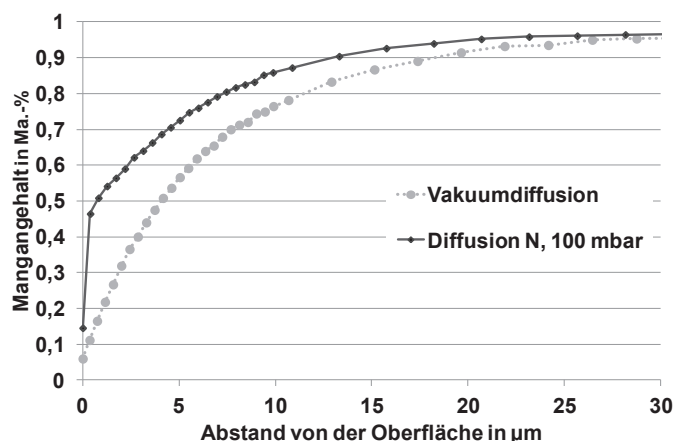


Abbildung 109: 20MnCr5, Einfluss einer Diffusion unter Stickstoffpartialdruck

den Diffusionssegmenten bis zu 0,45 Ma.-% Mangangehalt. Zwischen 200 mbar und 500 mbar Stickstoffdruck ist kein weiterer Einfluss auf die Manganeffusion erkennbar (Abbildung 108).



Abbildung 109 zeigt das Ergebnis von Verifikationsversuchen in der technischen Wärmebehandlungsanlage. Der angestrebte Ofendruck von 100 mbar wurde allerdings um etwa 30 mbar übertroffen. Dies ist der Freigabe der SPS zur Ansteuerung der Ofentür zwischen Heiz- und Abschreckkammer geschuldet. Der Abfall des Randmangangehaltes in den ersten  $\mu\text{m}$  wurde durch die für die Verfahrfreigabe in die Abschreckkammer notwendige Evakuierung der Abschreck- und Heizkammer verursacht.

### 5.3.3.2 Einfluss einer Voroxidation auf die Manganeffusion

Eine Voroxidation führte am 20CrMo4 mit zunehmenden Temperaturen und Zeiten zu einer Verstärkung der Manganeffusion bei anschließendem Niederdruck-Aufkohlen.

Eine Behandlungstemperatur von 400 °C hatte bei Prozessdauern von 15 bis 60 Minuten noch keinen nachweisbaren Einfluss auf das Mangantiefenprofil (Abbildung 110).

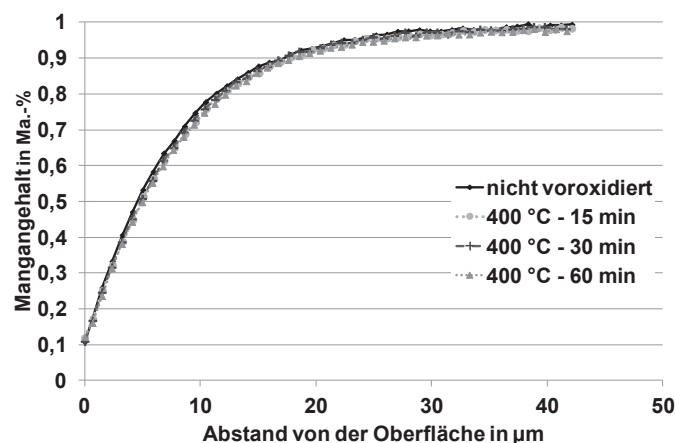


Abbildung 110: 20CrMo4 - Tiefenverlauf des Mangangehalts nach Voroxidation bei 400 °C und WB

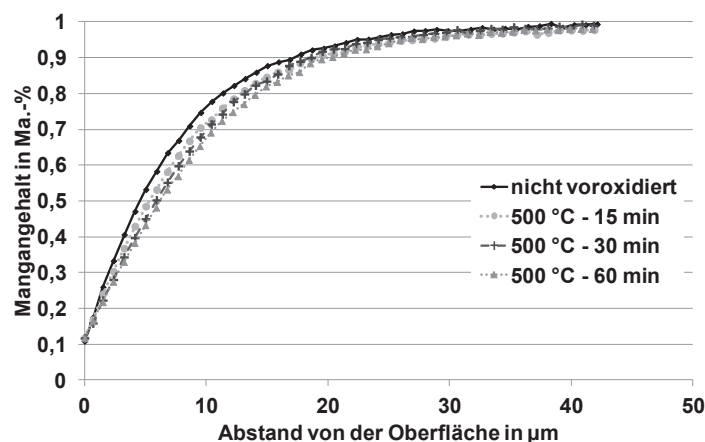
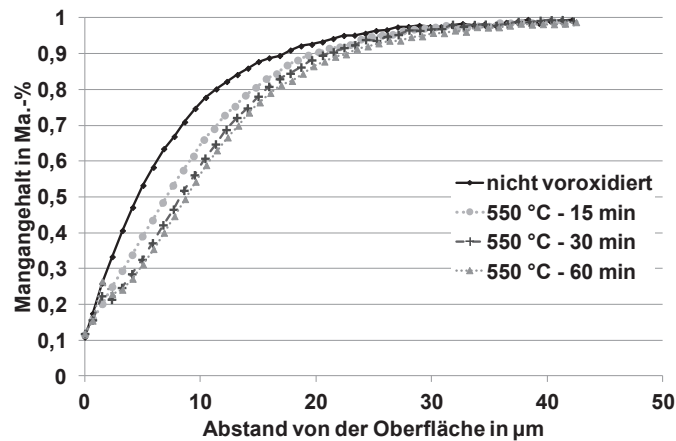


Abbildung 111: 20CrMo4, Tiefenverlauf des Mangangehalts nach Voroxidation bei 500 °C und WB



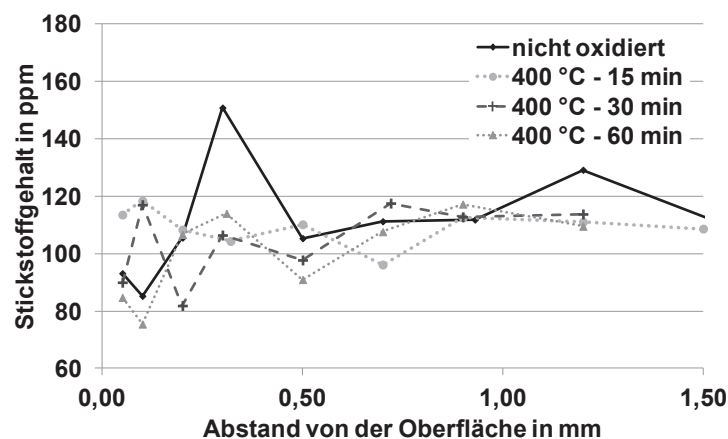
**Abbildung 112: 20CrMo4 - Tiefenverlauf des Mangangehalts nach Voroxidation bei 550 °C und WB**

Bei Temperaturen von 500 °C war allerdings schon mit einer deutlich verstärkten Manganefusion zu rechnen, die mit längeren Prozessdauern auch zunahm (Abbildung 111).

Bei 550 °C erfolgte die stärkste Manganefusion, die direkt am Randbereich allerdings im Stofftiefenprofil der nicht voroxidierten Variante sehr ähnlich war. Erst in weiteren Randabständen war eine deutliche Verringerung des Mangangehalts zu erkennen (Abbildung 113).

#### 5.3.3.3 Einfluss einer Voroxidation auf die Stickstoffeffusion.

Die Stickstofftiefenprofile des 20CrMo4 zeigten eine starke Unregelmäßigkeit in den Gehalten über den Randabstand. Häufig waren Maximalwerte um 160 ppm im Abstand von 0,1 - 0,3 mm von der Oberfläche festgestellt worden.



**Abbildung 113: 20CrMo4, Stickstoffeffusion nach Voroxidation bei 400 °C und Niederdruck-Aufkohlen**

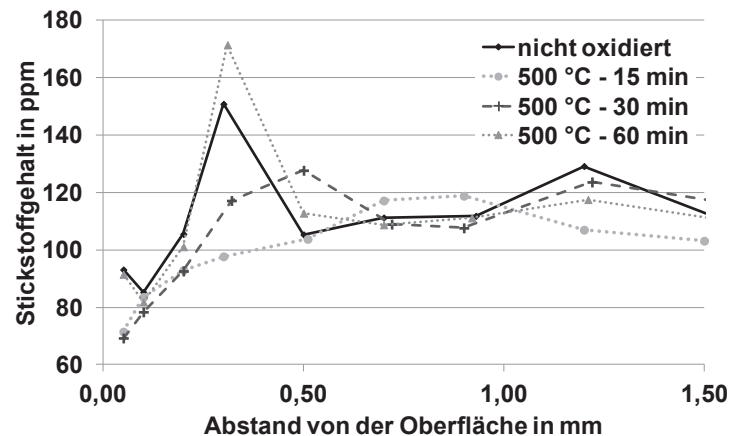


Abbildung 114: 20CrMo4, Stickstoffeffusion nach Voroxidation bei 500 °C und Niederdruck-Aufkohlen

Insgesamt war den Stofftiefenprofilen nach kein Einfluss einer Voroxidation auf die Stickstoffeffusion durch ein anschließendes Niederdruck-Aufkohlen nachweisbar. Durch die geringe Probengröße waren nur Einzelmessungen mit S-OES möglich, wodurch in Zusammenhang mit den niedrigen Elementgehalten größere Unsicherheiten bezüglich des Messwerts entstanden.

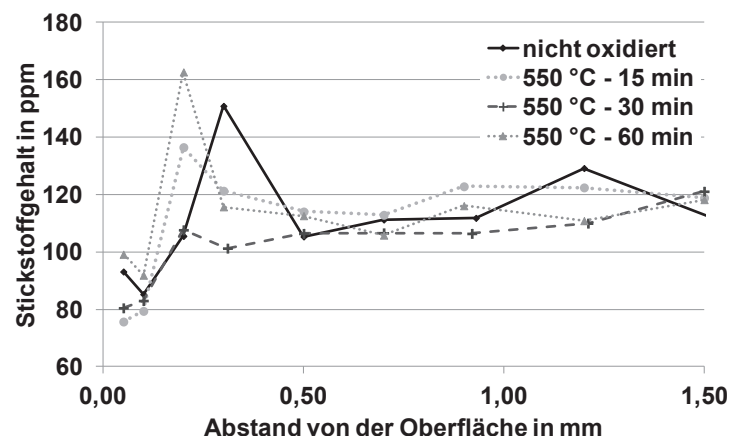


Abbildung 115: 20CrMo4, Stickstoffeffusion nach Voroxidation bei 550 °C und Niederdruck-Aufkohlen

### 5.3.4 Thermisches Ätzen / Voroxidation

Die folgende Abbildung zeigt den Kohlenstofftieftiefenverlauf des 20CrMo4 nach erfolgtem Niederdruck-Aufkohlen. Alle Proben (nicht oxidiert und voroxidiert) wurden in einer Charge wärmebehandelt. Die Vorgaben für Randkohlenstoffgehalt und Aufkohlungstiefe wurden eingehalten. Die angestrebte Aufkohlungstiefe von 1 mm wurde mit +0,1 mm leicht übertroffen, der Randkohlenstoffgehalt betrug 0,77 Ma.-%.



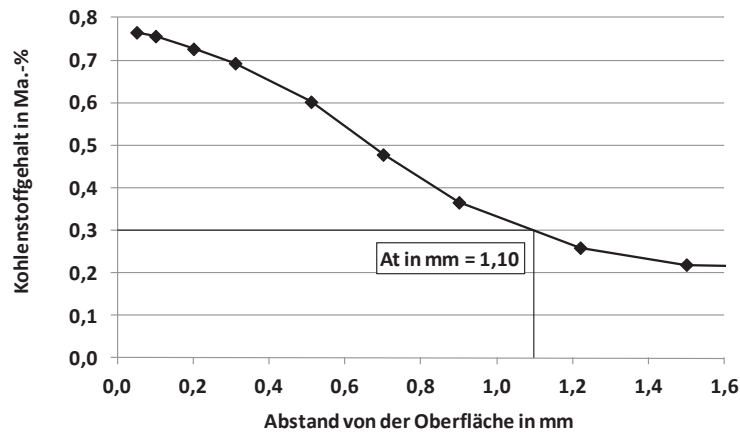
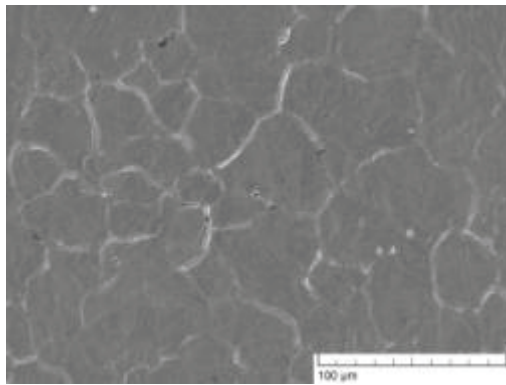
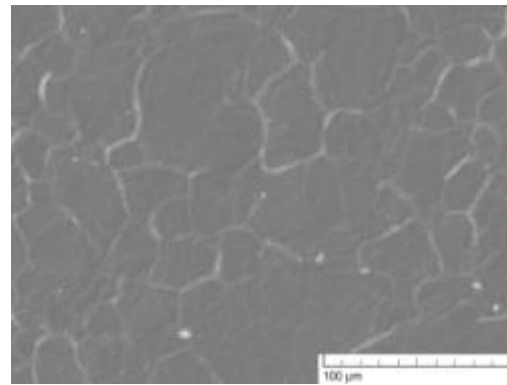


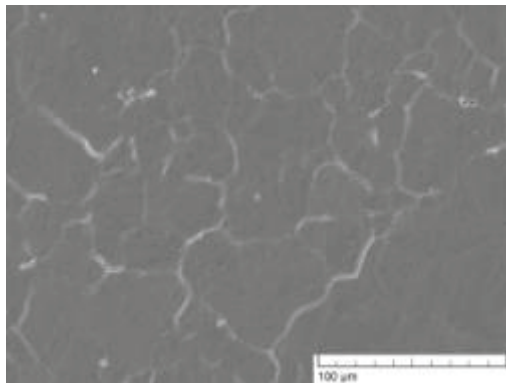
Abbildung 116: 20CrMo4, Kohlenstoffverlauf nach Voroxidation und Niederdruck-Aufkohlen



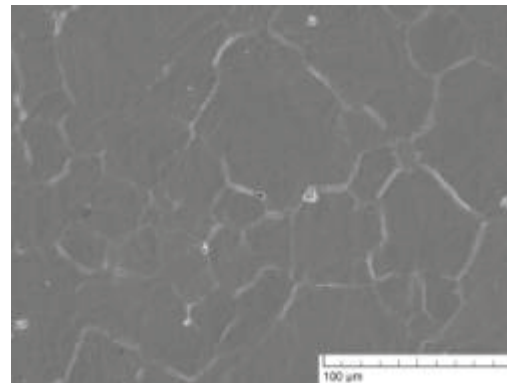
poliert + aufgekühlt



poliert + 400 °C/15 min + aufgekühlt



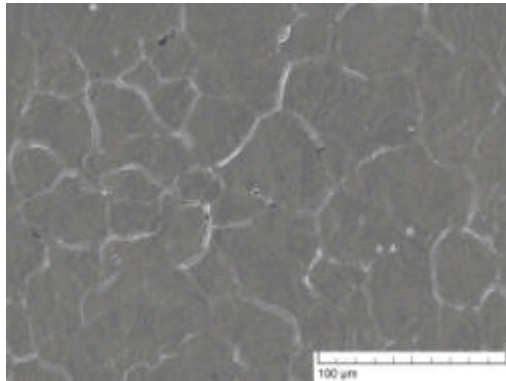
poliert + 400 °C/30 min + aufgekühlt



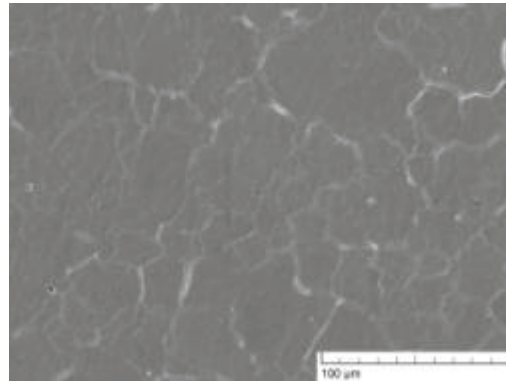
poliert + 400 °C/60 min + aufgekühlt

Abbildung 117: 20CrMo4, REM-Aufnahmen, Voroxidation bei 400 °C + Niederdruck-Aufkohlen

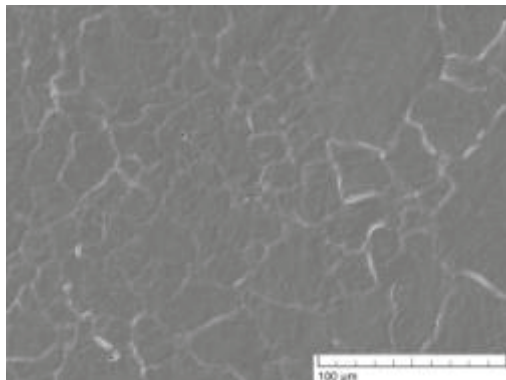
In Abbildung 117 sind die REM-Aufnahmen der Proben im Referenzzustand und Voroxidation mit angeschlossenem Niederdruck-Aufkohlen dargestellt. Bei 550 °C Voroxidationstemperatur ergaben sich im Vergleich optisch deutlich feinere Oberflächenstrukturen (Abbildung 117 bis Abbildung 119). Die mittels REM daraus abgeleiteten Kennwerte in Tabelle 5-3 weisen allerdings nicht eindeutig darauf hin, dass es einen zahlenmäßigen Einfluss gibt, der diesem optischen Eindruck gerecht werden kann (weitere Ausführungen dazu in Kapitel 6.3.1 ab Seite 136).



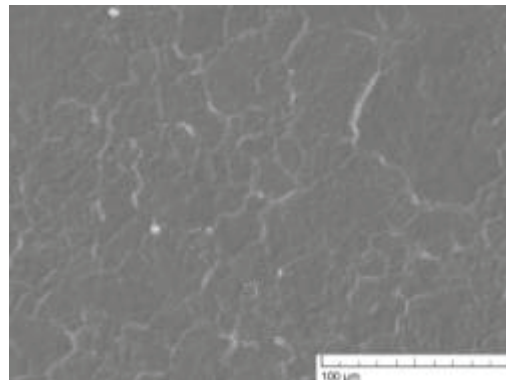
poliert + aufgekühlt



poliert + 500 °C/15 min + aufgekühlt

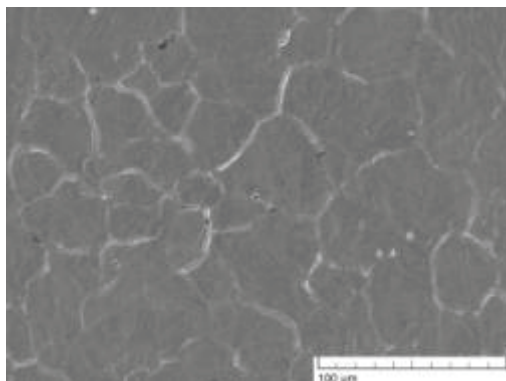


poliert + 500 °C/30 min + aufgekühlt

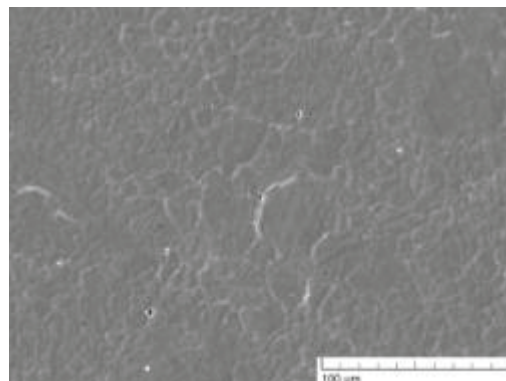


poliert + 500 °C/60 min + aufgekühlt

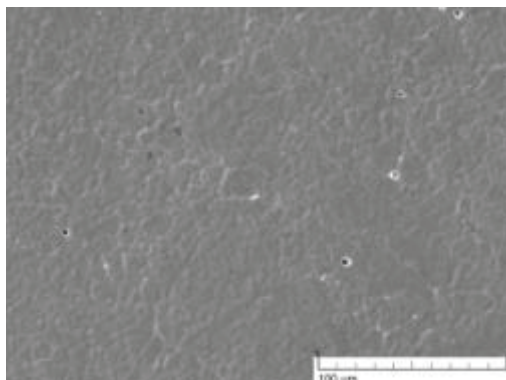
**Abbildung 118: 20CrMo4, REM-Aufnahmen, Voroxidation bei 500 °C + Niederdruck-Aufkühlen**



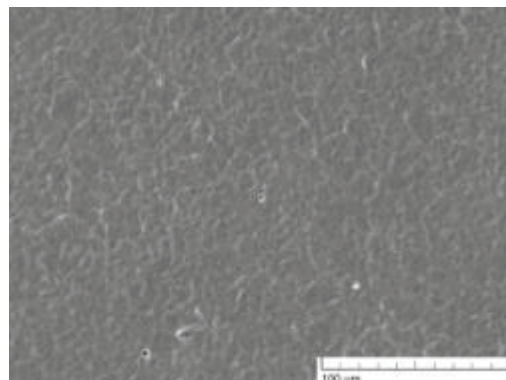
poliert + aufgekühlt



poliert + 550 °C/15 min + aufgekühlt



poliert + 550 °C/30 min + aufgekühlt



poliert + 550 °C/60 min + aufgekühlt

**Abbildung 119: 20CrMo4, REM-Aufnahmen, Voroxidation bei 550 °C + Niederdruck-Aufkühlen**

**Tabelle 5-3: 20CrMo4, Oberflächenrauheit nach Voroxidation und Niederdruck-Aufkohlen ermittelt im REM mit MeX**

| Wärmebehandlung             | Sa<br>[nm] | Stand.-Abw.<br>[nm] | Sv<br>[μm] | Stand.-Abw.<br>[μm] |
|-----------------------------|------------|---------------------|------------|---------------------|
| Nicht oxidiert + aufgekühlt | 261        | 18                  | 3,64       | 1,67                |
| 400 °C/15 min + aufgekühlt  | 266        | 23                  | 2,83       | 0,30                |
| 400 °C/30 min + aufgekühlt  | 256        | 11                  | 2,44       | 0,20                |
| 400 °C/60 min + aufgekühlt  | 268        | 9                   | 3,54       | 1,41                |
| 500 °C/15 min + aufgekühlt  | 258        | 10                  | 3,56       | 0,91                |
| 500 °C/30 min + aufgekühlt  | 264        | 3                   | 2,81       | 0,28                |
| 500 °C/60 min + aufgekühlt  | 250        | 11                  | 2,89       | 0,56                |
| 550 °C/15 min + aufgekühlt  | 231        | 16                  | 2,05       | 0,75                |
| 550 °C/30 min + aufgekühlt  | 245        | 5                   | 3,18       | 0,68                |
| 550 °C/60 min + aufgekühlt  | 268        | 7                   | 2,77       | 0,63                |

## 5.4 20MoCrS4 Ergebnisse

### 5.4.1 Thermisches Ätzen nach geregelter Voroxidation in PGN

Analog zu den Ergebnissen an 18CrNiMo7-6 stellten sich bei Betrachtung der reinen Oberflächenkennwerte  $S_a$  und  $S_z$  auch an 20MoCrS4 keine darstellbare Abhängigkeit der Werte von den durchgeführten Voroxidationsbehandlungen ein (Abbildung 121). Abbildung 120

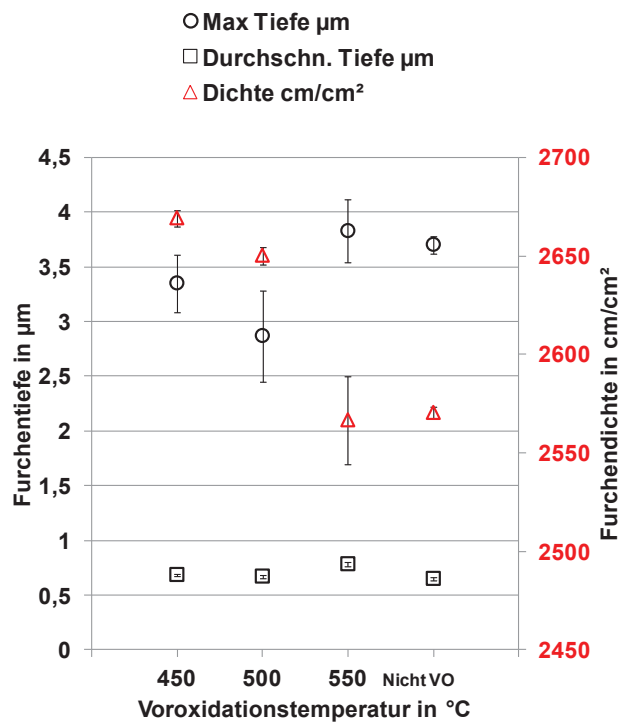


Abbildung 120: 20MoCrS4, Ergebnisse der Furchenanalyse mittel WLI und MountainsMap

stellt die Ergebnisse der Furchenanalyse mittels der Software MountainsMap zusammenfassend dar. Bei 500 °C Voroxidationstemperatur wurde mit 2,9 µm die geringste maximale Furchentiefe gemessen. Die Standardabweichungen der Messungen der maximalen Furchentiefe an Proben mit einer Voroxidation war, wie auch bei den Messungen an 18CrNiMo7-6, deutlich höher im Vergleich zur nicht voroxidierten Variante. Die durchschnittliche Tiefe der Furchen war an allen Varianten ähnlich und betrug etwa 0,65 bis 0,68 µm. Lediglich bei 550 °C wurden 0,78 µm gemessen. Die Furchendichte war bei 450 °C Voroxidationstemperatur mit 2670 cm/cm² am

höchsten. Den niedrigsten Wert ergab zwar die Variante 550 °C mit 2567 cm/cm², jedoch ist auch hier die Standardabweichung verglichen mit der nicht voroxidierten Variante hoch, deren Wert bei vergleichbaren 2570 cm/cm² lag.

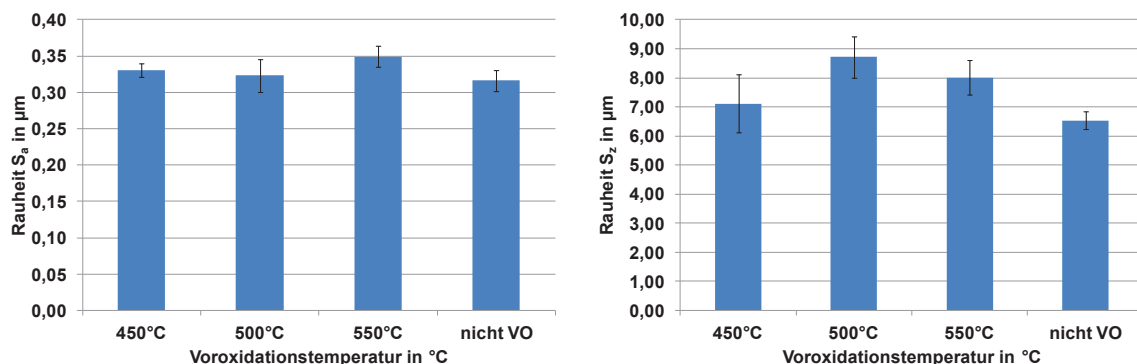


Abbildung 121: 20MoCrS4, Oberflächenrauheiten nach Messungen mit dem WLI

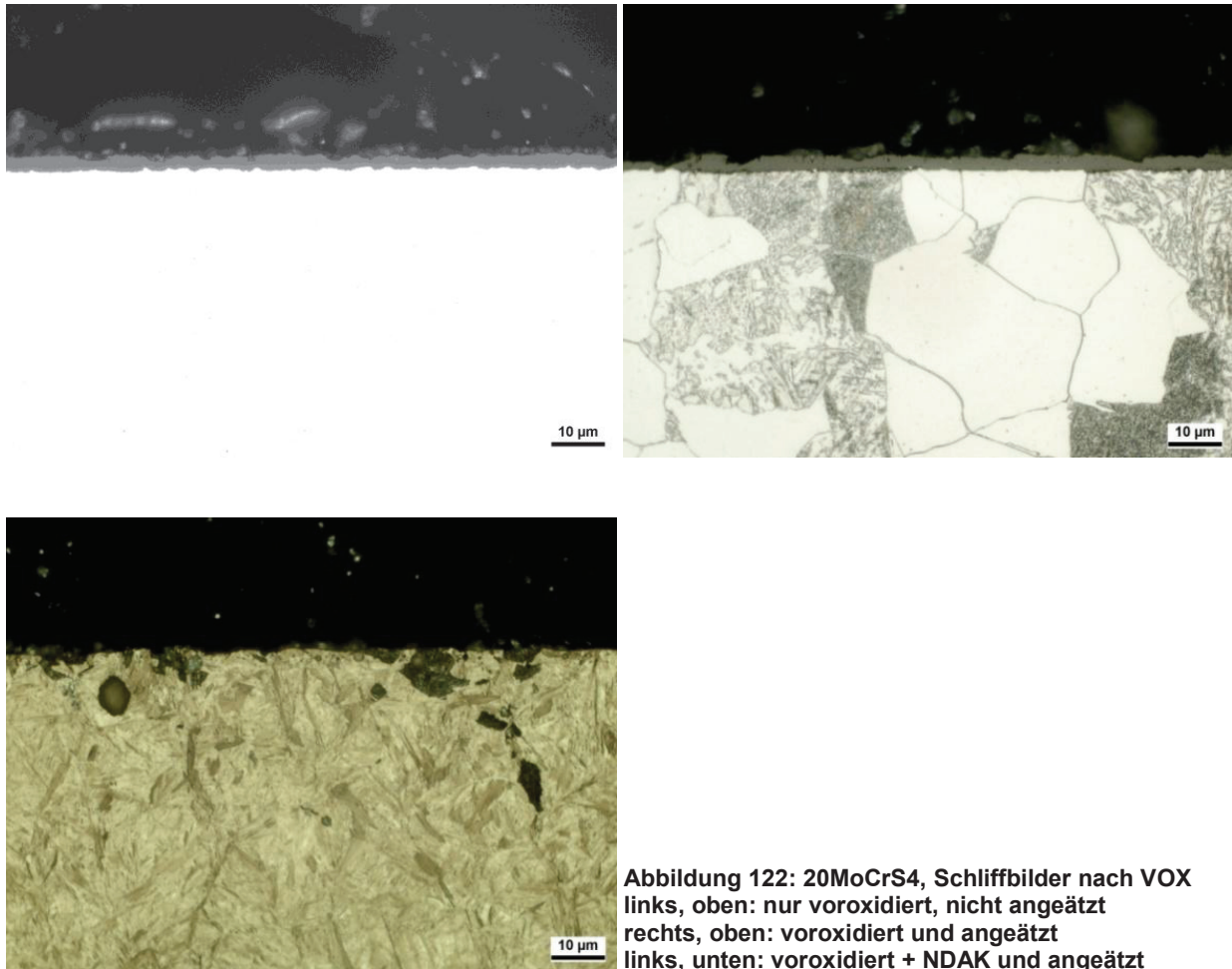


Abbildung 122: 20MoCrS4, Schliffbilder nach VOX  
links, oben: nur voroxidiert, nicht angeätzt  
rechts, oben: voroxidiert und angeätzt  
links, unten: voroxidiert + NDAK und angeätzt

Die Randschicht wies, wie auch an 18CrNiMo7-6, nach der Voroxidation in allen Fällen eine deutliche Schichtbildung auf. Nach einem der Voroxidation folgenden Niederdruck-Aufkohlen konnten einer Randoxidation ähnliche Randschichtbeeinflussungen in den Schliffbildern nachgewiesen werden. Exemplarisch zeigen die Schliffbilder in Abbildung 122 die an 20MoCrS4 aus einer Voroxidation bei 550 °C resultierende Randschicht sowie ein Schliffbild nach einem auf diese Voroxidation gefolgten Niederdruck-Aufkohlen.



## 5.5 Lebensdaueruntersuchungen

### 5.5.1 Umlaufbiegung

#### 5.5.1.1 Standardprozess („SP“)

Der Standardprozess ((940°C)3.30..3.30..2,5.40..(840°C)20.20) führte bei dem Werkstoff 18CrNiMo7-6 zu einer CHD von 0,73 mm mit Randhärten von 681 HV1 direkt am Rand und maximal 718 HV1 im Randabstand von 0,2 mm. Die Kernhärte lag im Bereich um 454 HV 1 (Mittelwert ab Randabstand von 1,0 mm) (Siehe Abbildung 123, links). Das Randgefüge lag erwartungsgemäß martensitisch ohne Karbide vor (Siehe Abbildung 123, rechts).

Die ermittelten Bruchereignisse sind in Abbildung 124 dargestellt. Auf dem Lasthorizont von 1100 MPa wurden zwischen  $10^4$  und  $5 \cdot 10^4$  Lastzyklen erreicht. Zu Durchläufern kam es auch bei 950 MPa nicht. Alle im REM analysierten Bruchflächen ergaben Rissausgänge von der Oberfläche aus (siehe exemplarisch Abbildung 125).

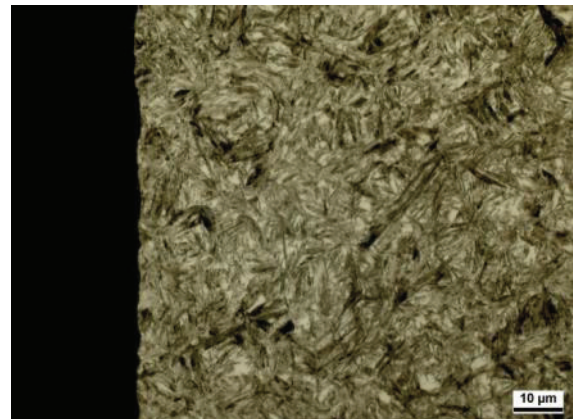
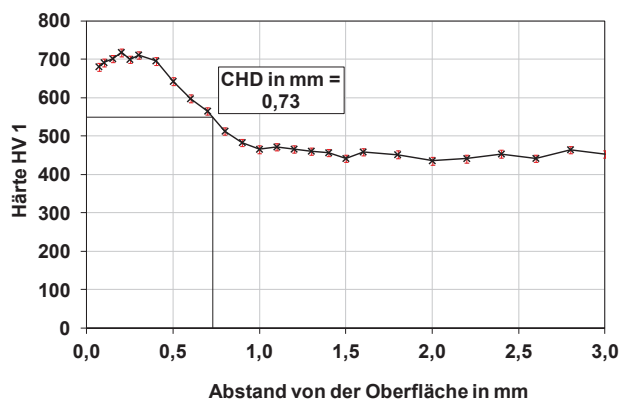
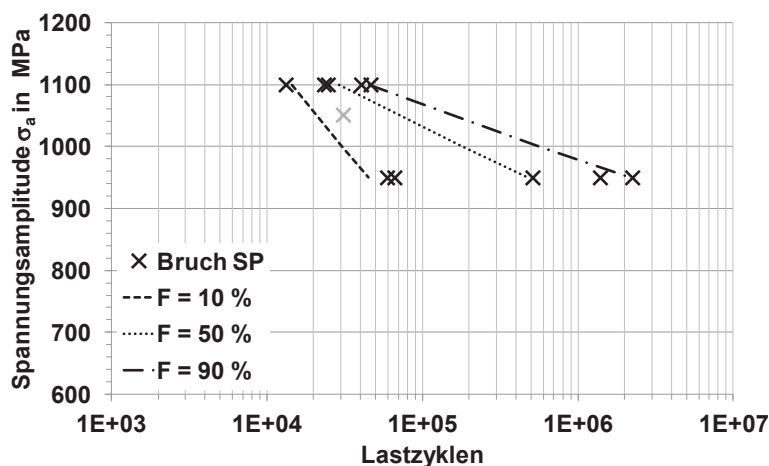


Abbildung 123: 18CrNiMo7-6, links: Härtetiefenverlauf der Variante Standardprozess (SP), rechts: Randschicht der Variante SP



| Spannungs-<br>amplitude<br>in MPa | Lastzyklen |
|-----------------------------------|------------|
| 1100                              | 13224      |
| 1100                              | 23328      |
| 1100                              | 24685      |
| 1050                              | 31171      |
| 1100                              | 40406      |
| 1100                              | 46477      |
| 950                               | 59319      |
| 950                               | 66166      |
| 950                               | 511196     |
| 950                               | 1388993    |
| 950                               | 2238562    |

Abbildung 124: Zeitfestigkeit des 18CrNiMo7-6 der Variante Standardprozess; in Zahlen: Tabelle rechts

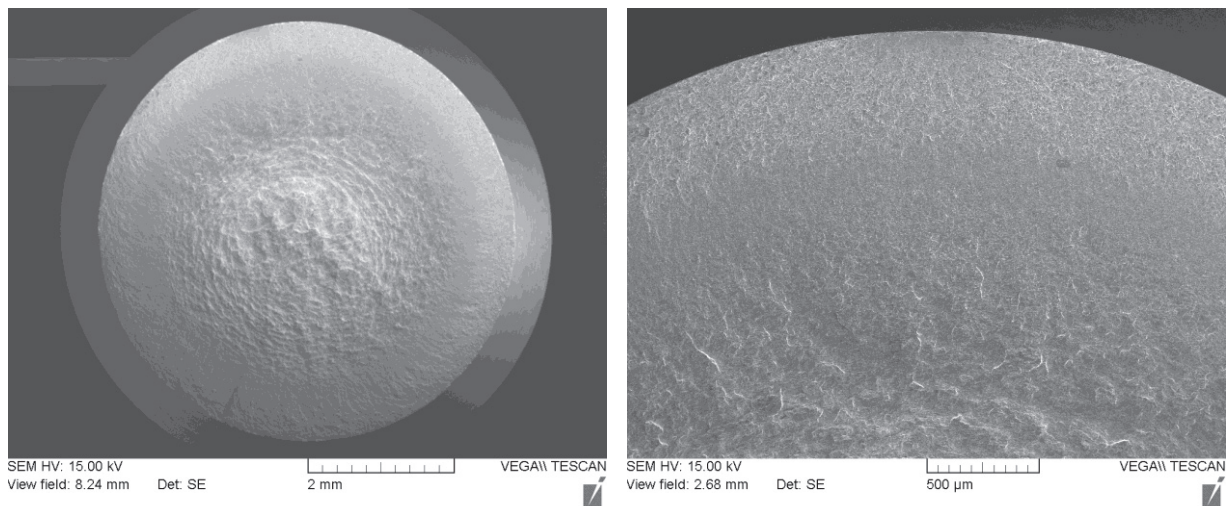


Abbildung 125: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM, 1100 MPa - Lz. 13224

Die Wärmebehandlung gemäß Standardprozess am 20CrMo4 ((940°C) 2,5.30..2,5.20..2.35..(840°C)20.20) führte zu einer CHD von 0,72 mm. Die Randhärte betrug 724 HV1, wobei die Kernhärte bei 408 HV1 lag (Mittelwert ab 1,0 mm Randabstand) (Siehe Abbildung 126, links). Die martensitische Randschicht ist in Abbildung 126 rechts dargestellt.

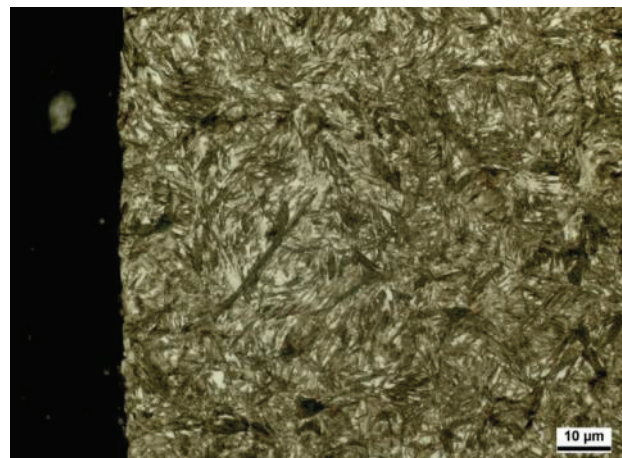
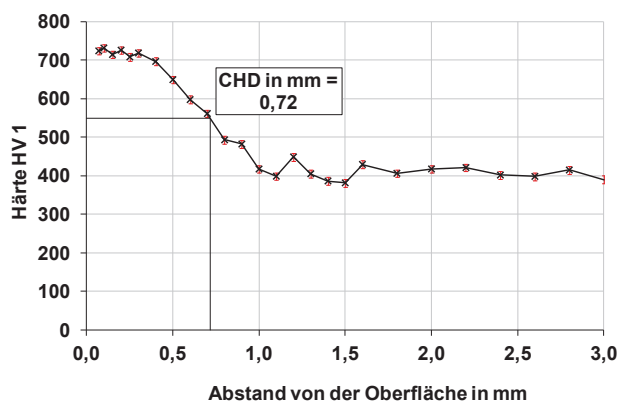
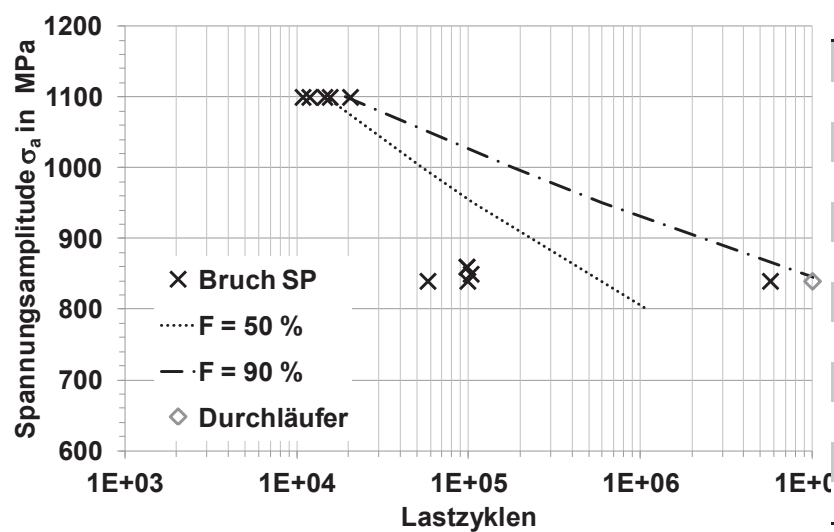


Abbildung 126: 20CrMo4, links: Härtetiefenverlauf der Variante Standardprozess, rechts: Schliffbild des Randbereichs

Die erreichten Lastzyklen in den geprüften Lasthorizonten der Variante „SP“ ist in Abbildung 128 dargestellt. Auf dem Lasthorizont mit einer Spannungsamplitude von 1100 MPa erreichten die Proben Lastzyklen zwischen  $1,5 \cdot 10^4$  und ca.  $2 \cdot 10^4$  bis zum Bruch. Die schrittweise Verminderung der Beanspruchung von 860 MPa auf 840 MPa erzeugte Brüche um  $6 \cdot 10^4$  Lastzyklen bis zu Durchläufern.

Die Analyse stichprobenartig ausgewählter Bruchflächen im REM ergab Rissausgänge von der Oberfläche aus. Teilweise erkennt man den Bruchausgang am interkristallinen Bruchaussehen (siehe Abbildung 127).





| Spannungs-<br>amplitude<br>in MPa | Lastzyklen |
|-----------------------------------|------------|
| 1100                              | 20438      |
| 1100                              | 14483      |
| 1100                              | 11844      |
| 1100                              | 10816      |
| 1100                              | 15567      |
| 860                               | 97307      |
| 860                               | 97453      |
| 850                               | 102990     |
| 840                               | 57715      |
| 840                               | 98466      |
| 840                               | 5691192    |
| 840                               | 10000000   |

Abbildung 128: 20CrMo4, Zeitfestigkeit der Variante „Standardprozess“; in Zahlen: Tabelle rechts

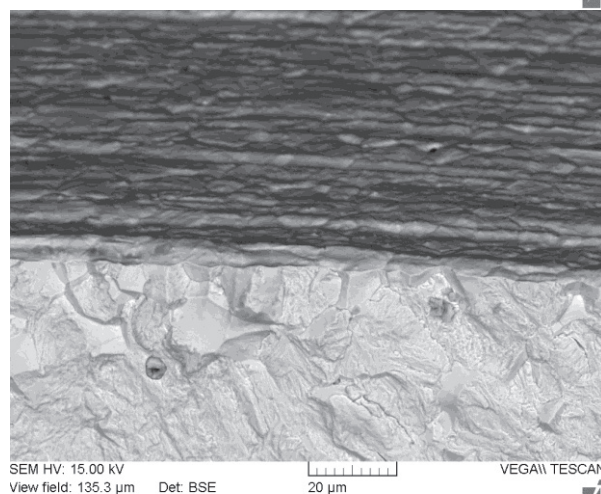
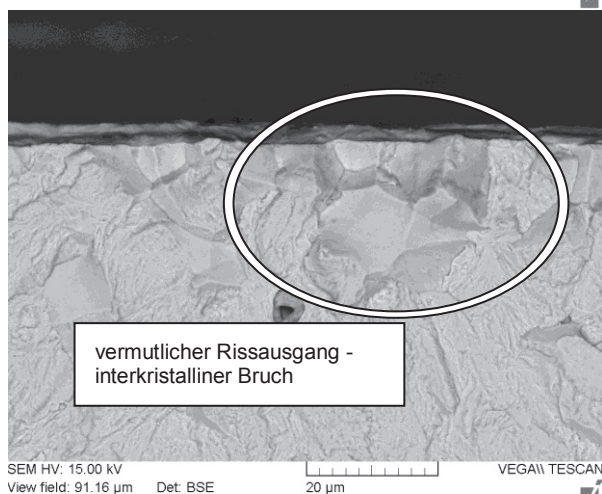
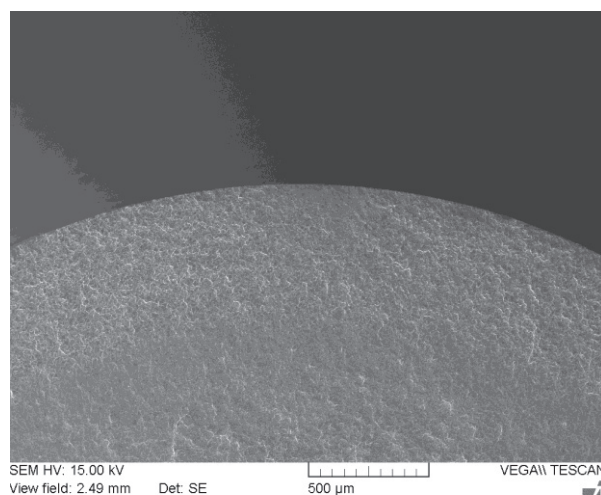
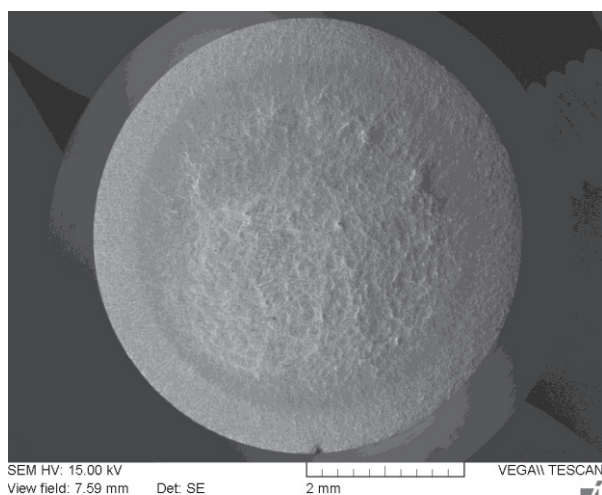


Abbildung 127: 20CrMo4, Bruchfläche im REM, 840 MPa - 5691192 Lz

### 5.5.1.2 Kurzzeit-Carbonitriert („KCN“)

Die Prozessmodifikation Kurzzeit-Carbonitrieren ((940°C)3.30..3.30..2,5.30..(840°C, NH<sub>3</sub> 100 mbar)20.60 führte am 18CrNiMo7-6 zu einer CHD von 0,7 mm mit Härtewerten von 654 HV1 bis maximal 695 HV1 in 0,25 mm Randabstand. Die Kernhärte betrug 453 HV1 (Mittelwert ab 1,0 mm Randabstand) (siehe Abbildung 129). Durch das Carbonitrieren konnte ein Aufsticken der Proben erreicht werden (Abbildung 130). Die ermittelte Zeitfestigkeit ist in Abbildung 131 dargestellt. Bei dieser Variante mussten die Lasthorizonte gegenüber den anderen Varianten angehoben werden, um eine zu große Zahl an Durchläufern zu vermeiden. Selbst auf 1075 MPa erreichten die Proben noch mehrere Millionen Lastzyklen. Wegen der großen Streuung ließ sich keine Basquin-Linie für P = 10 % berechnen.

Die Analyse der Bruchflächen ergab im REM von der Oberfläche ausgehende Risse. In zwei Fällen wurden Aluminiumoxide als Rissausgang identifiziert. In einem Fall lag ein einzelnes Aluminiumoxid kurz oberhalb der CHD von 0,7 mm vor (ermittelter Randabstand 0,86 mm, Größe: 31 µm x 19 µm) (Abbildung 132). Der andere Fall ergab mehrere sehr oberflächen-nahe Aluminiumoxide (Größe < 10 µm x 5 µm, Abbildung 133).

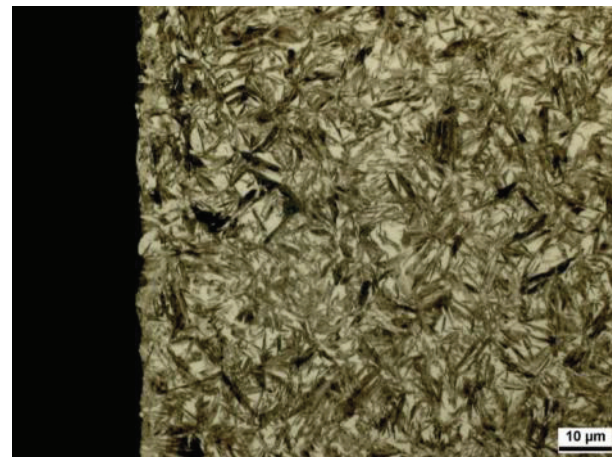
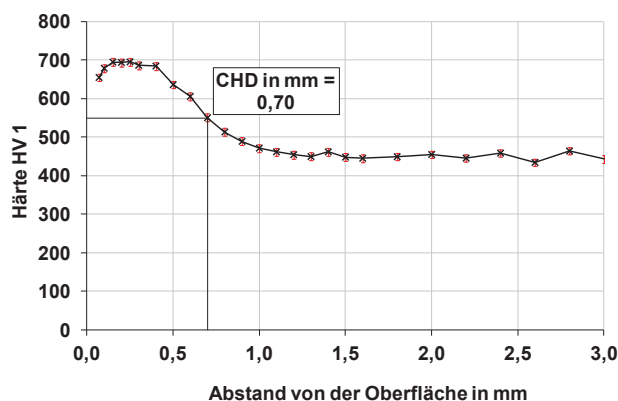


Abbildung 129: 18CrNiMo7-6, links: Härtetiefenverlauf der Variante KCN, rechts: Übersicht Randschicht,

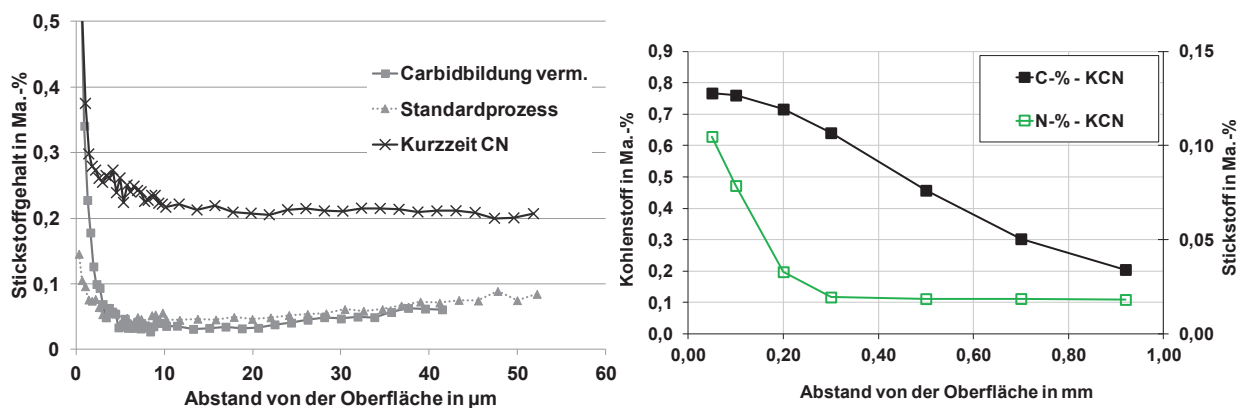
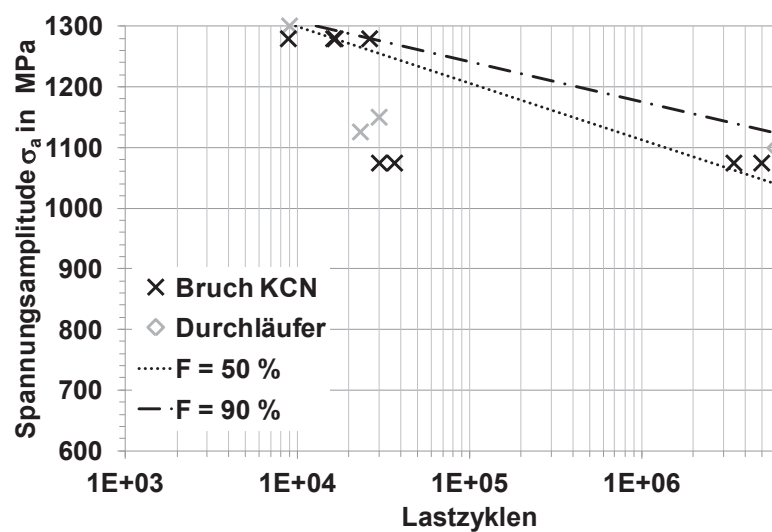


Abbildung 130: 18CrNiMo7-6, links: Stickstofftiefenverläufe (GD-OES) der Varianten SP, CBV und KCN im Vergleich, rechts Elementtiefenverläufe der Variante KCN (S-OES)



| Spannungs-<br>amplitude in<br>MPa | Lastzyklen |
|-----------------------------------|------------|
| 1300                              | 9022       |
| 1280                              | 8819       |
| 1280                              | 16162      |
| 1280                              | 16506      |
| 1280                              | 26168      |
| 1150                              | 29748      |
| 1125                              | 23172      |
| 1100                              | 6000000    |
| 1075                              | 29839      |
| 1075                              | 36556      |
| 1075                              | 3425903    |
| 1075                              | 4969403    |
| 1075                              | 7460197    |

Abbildung 131: 18CrNiMo7-6, Zeitfestigkeit der Variante KCN; in Zahlen: Tabelle rechts

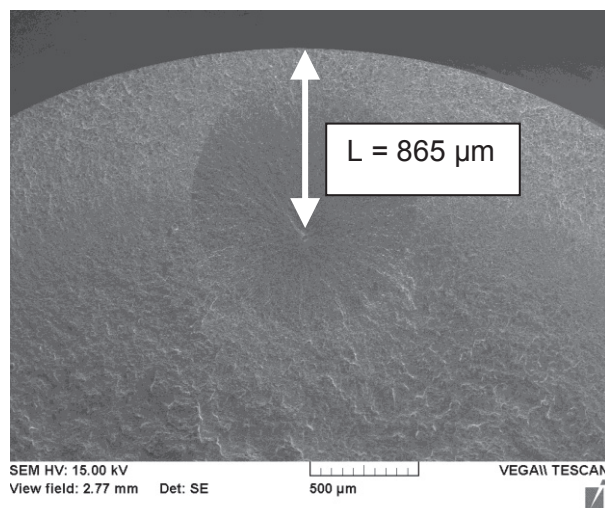
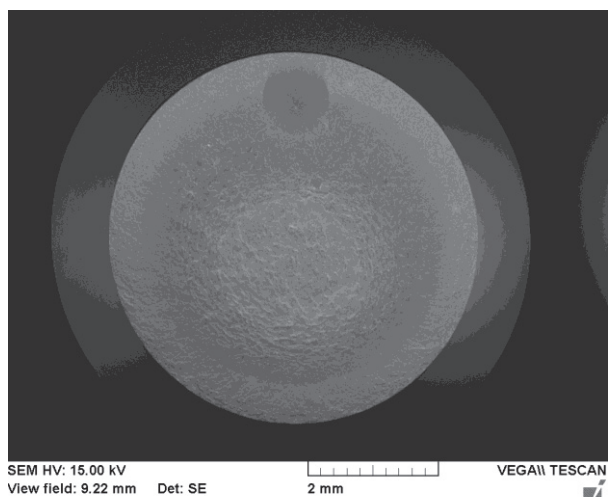
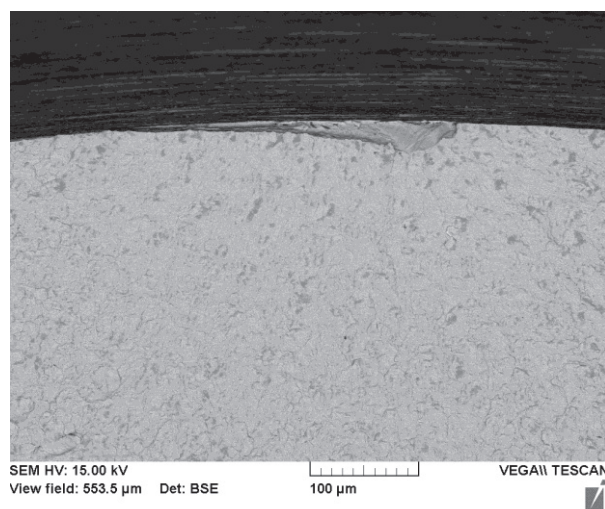
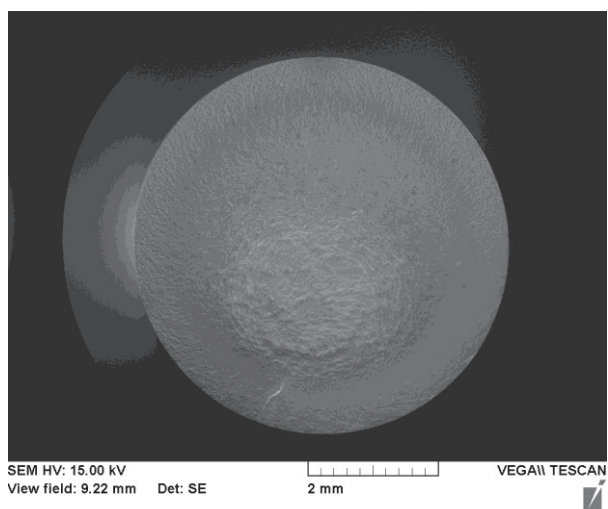


Abbildung 132: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM,

1075 MPa - 7460197 LZ.

Abbildung 133: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM,  
1075 MPa - 36556 LZ.



Die Prozessmodifikation „Kurzzeit-Carbonitrieren“ ((940°C)2,5.30..2,5.20..2.25..(840°C, NH<sub>3</sub> 100 mbar)20.60 führte an 20CrMo4 zu einer CHD von 0,66 mm mit Härtewerten von 731 HV1 bis maximal 748 HV1 in 0,15 mm Randabstand. Die Kernhärte betrug 362 HV1 (Mittelwert ab 1,0 mm Randabstand) (siehe Abbildung 134, links). Der Randstickstoffgehalt konnte durch das Niederdruck-Carbonitrieren auf 0,1 Ma.-% angehoben werden, lag allerdings in 0,4 mm Randabstand bereits wieder auf Grundgehalt (siehe Abbildung 134, rechts).

Der Randbereich wies keinen, durch den Stickstoff verursachten, auffälligen Gehalt an Restaustenit auf. Es finden sich keine dem Stickstoff zuzuordnenden Ausscheidungen in der Randschicht, die Mikroskopisch erkennbar sind (Abbildung 135).

Die ermittelten Brüche der Zeitfestigkeit sind in Abbildung 136 angegeben. Bei 1100 MPa erfolgten die Bruchereignisse im Bereich zwischen  $10^4$  und  $3,5 \cdot 10^4$  Lastzyklen. Bei 870 MPa lief die Probe "durch". Mit  $6 \cdot 10^6$  Lastzyklen kam es auf dem Lasthorizont von 900 MPa noch zu einem sehr späten Bruch. Bruchflächenbilder aus dem REM liegen von dieser Variante nicht vor.

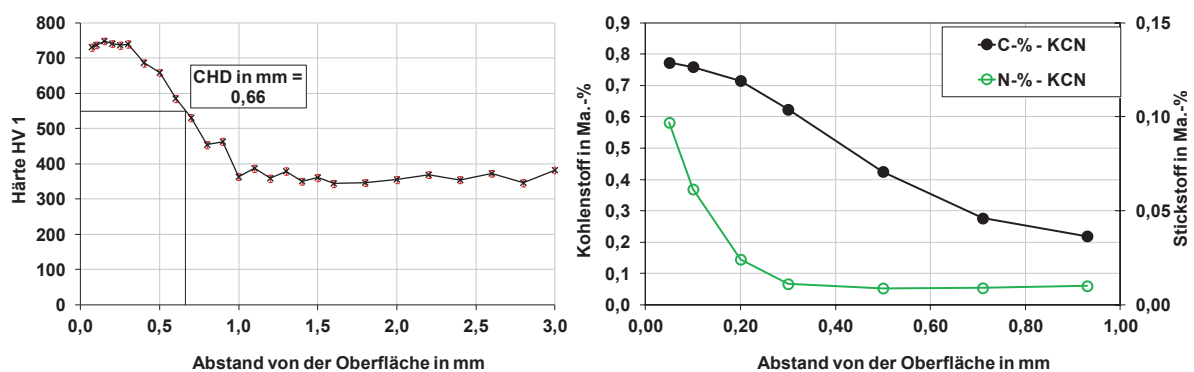


Abbildung 134: 20CrMo4, links: Harte-Verlauf, rechts: Elementtiefenverlauf der Variante KCN

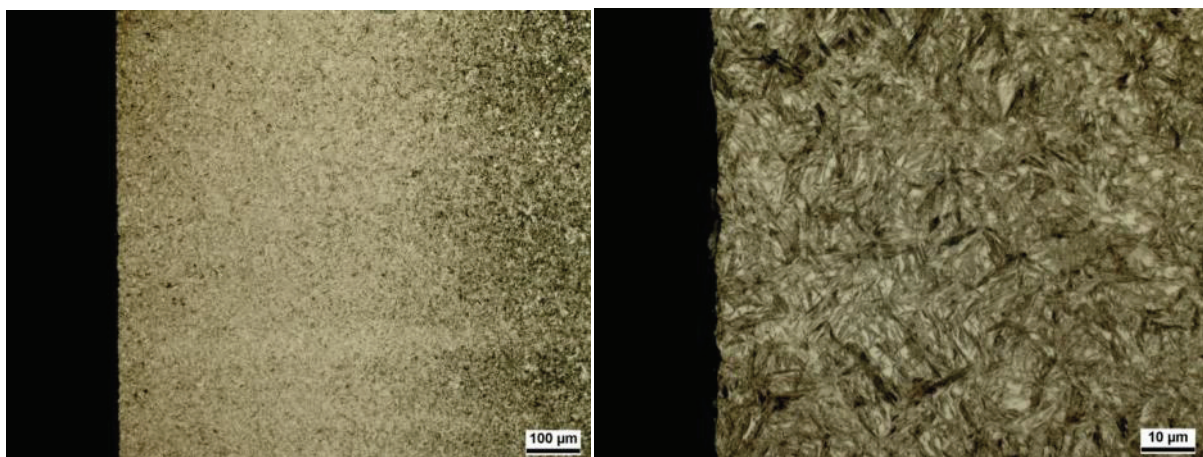


Abbildung 135: 20CrMo4, Randbereich der Variante KCN

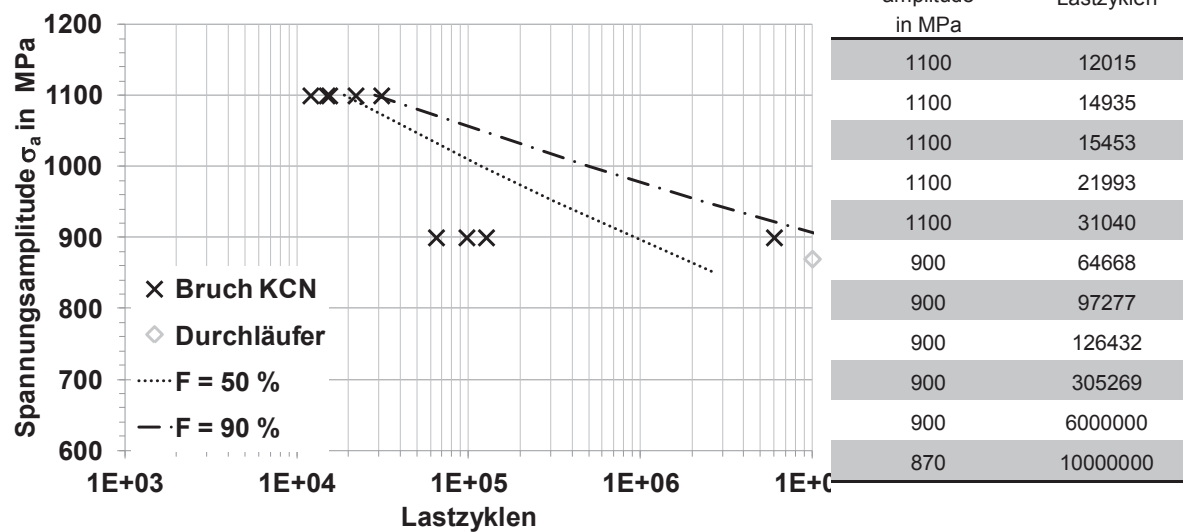


Abbildung 136: 20CrMo4, Zeitfestigkeit der Variante „KCN“; in Zahlen: Tabelle rechts

### 5.5.1.3 Manganeffusion verringern („MEV“)

Die Prozessführung zu Verringerung der Manganeffusion führte am 18CrNiMo7-6 zu einer CHD von 0,66 mm. Die Randhärte betrug ca. 700 HV 1. Die Kernhärte lag um 457 HV 1 (Mittelwert ab 1,0 mm Randabstand) (siehe Abbildung 137). Aufgrund des für das Legierungskonzept eher unwichtigen Mangangehalts wurde darauf verzichtet, diesen mittels S- oder GD-OES zu ermitteln.

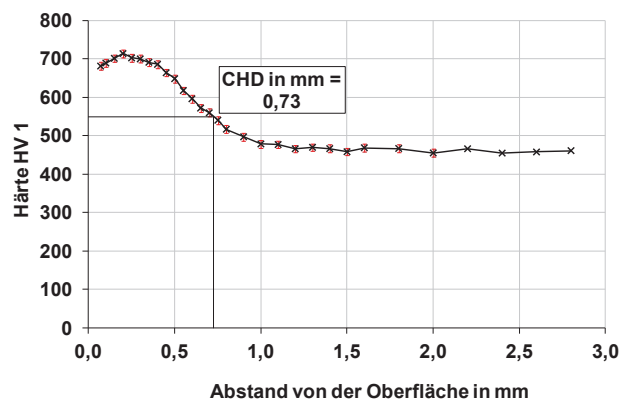


Abbildung 137: 18CrNiMo7-6, Härtetiefenverlauf der Variante MEV

Die nach der Wärmebehandlung vorliegende Randschicht ist in Abbildung 138 dargestellt. Die gesteigerten Drücke führten nicht zu einer veränderten Morphologie des Martensits. Die ermittelten Brüche der Zeitfestigkeit sind in Abbildung 139 angegeben. Bei 1100 MPa erfolgten die Bruchereignisse im Bereich zwischen  $3,3 \cdot 10^4$  und  $6 \cdot 10^4$  Lastzyklen. Bei 950 MPa liefen die ersten Proben "durch". Mit  $1,02 \cdot 10^6$  Lastzyklen kam es auf dem Lasthorizont von 1000 MPa noch zu einem etwas späten Bruch. Bruchanalysen ergaben in allen Fällen Versagen von der Oberfläche aus (Abbildung 140 ff.)

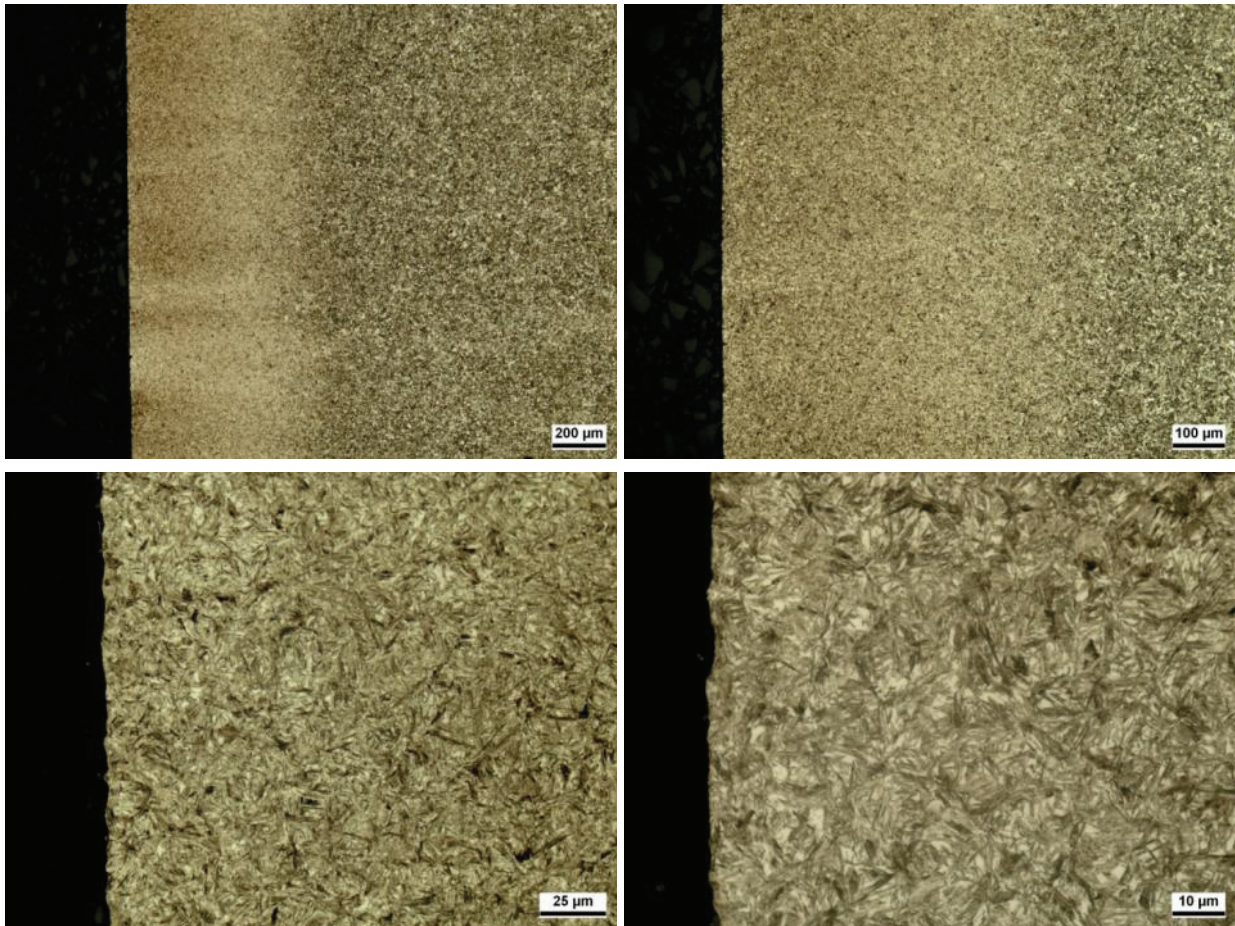


Abbildung 138: 18CrNiMo7-6, Randschicht der Variante MEV

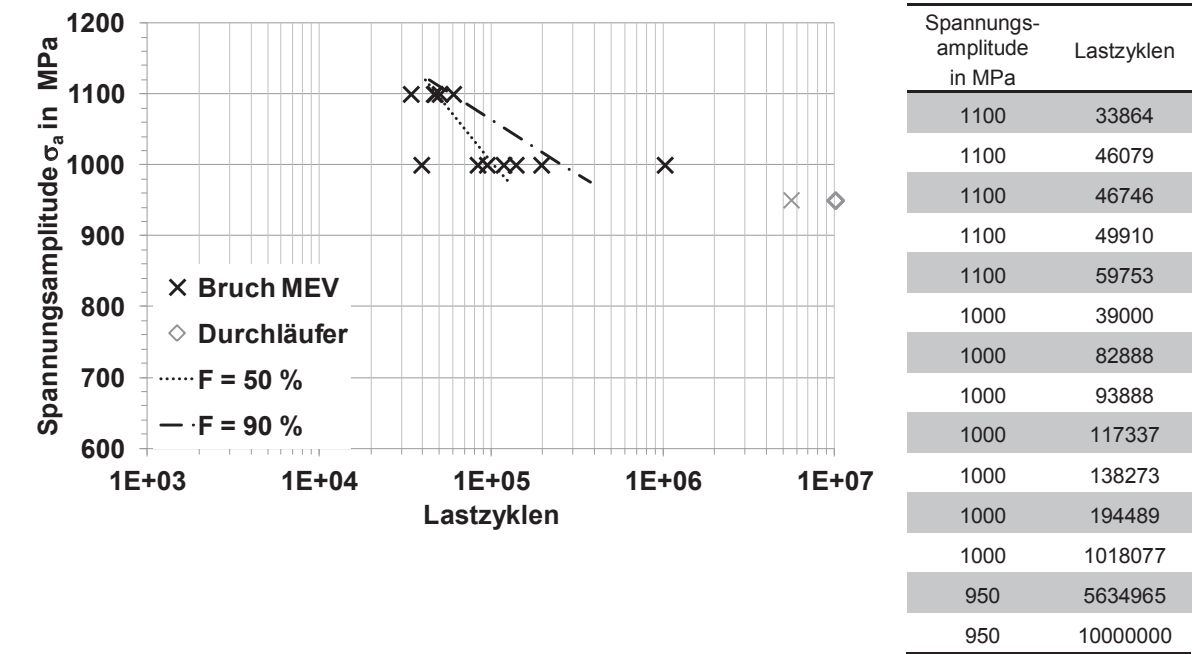
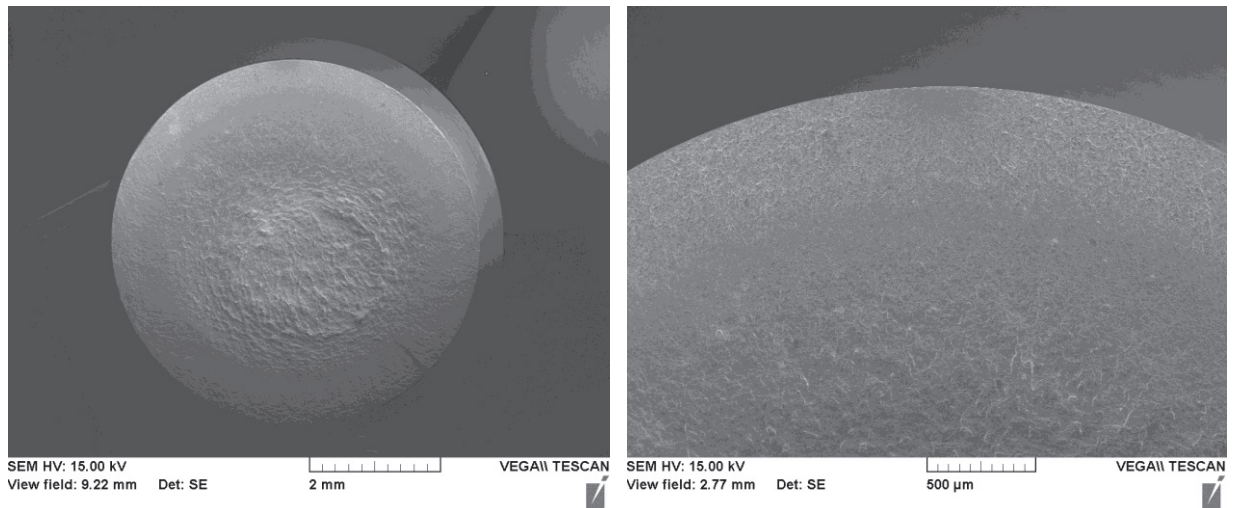
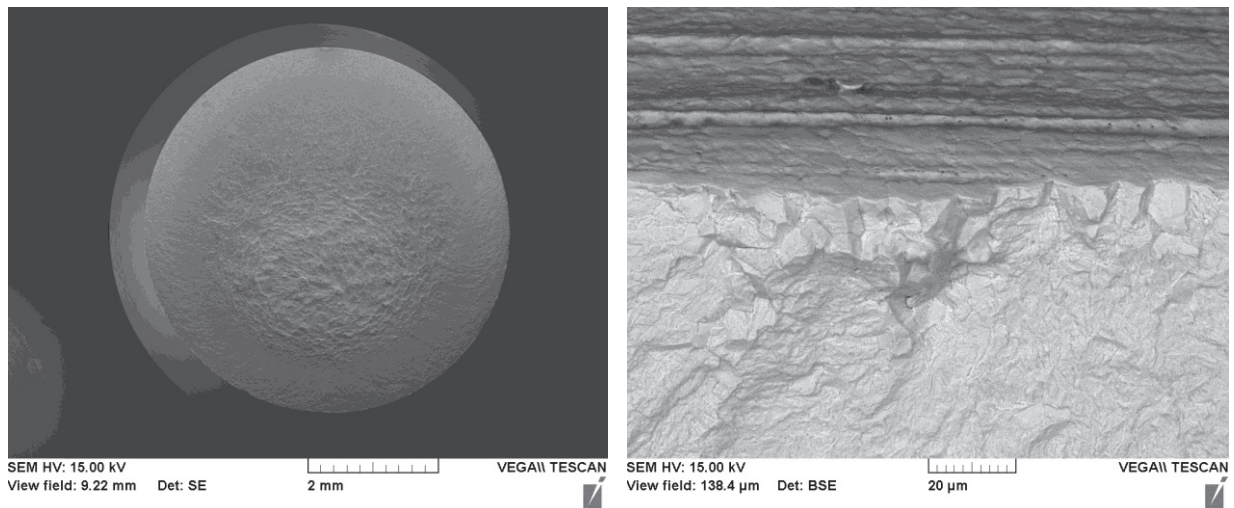


Abbildung 139: 18CrNiMo7-6, Ergebnisse der Lebensdaueruntersuchungen Variante MEV, rechts: in Zahlen

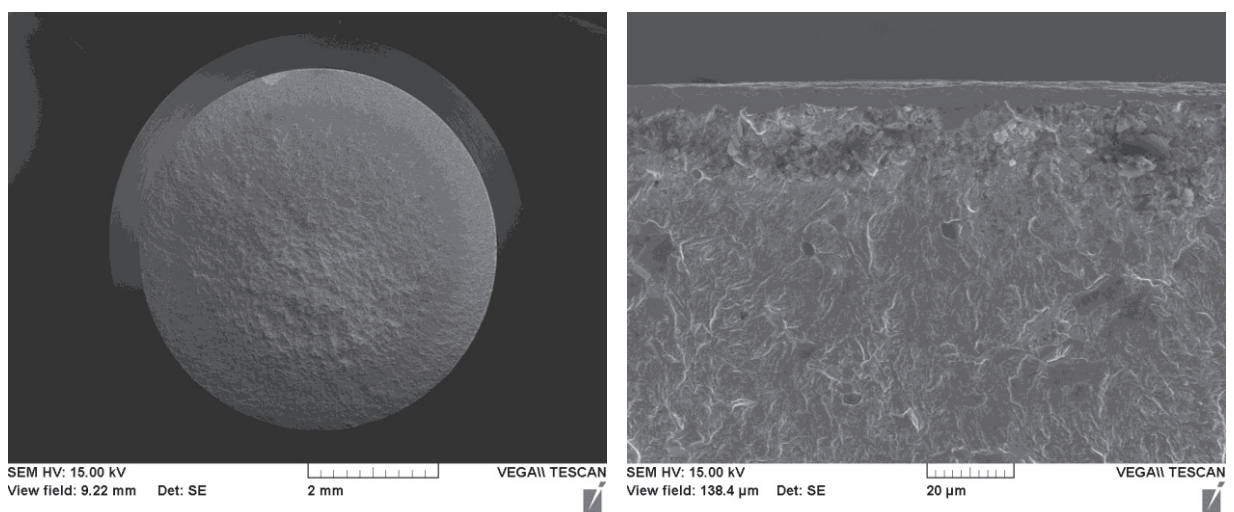




**Abbildung 140: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM, 1100 MPa - 49910 LZ.**



**Abbildung 141: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM, 1000 MPa - 1018077 LZ.**



**Abbildung 142: 20CrMo4, Bruchfläche im REM, 900 MPa - 64668**

Die Wärmebehandlung mit dem Ziel, durch Stickstoffpartialdrücke die Manganeffusion am 20CrMo4 zu verringern, führte zu einer CHD von 0,68 mm (bei 150 mbar N in den Diffusions- und Haltesegmente).

Die Randhärte erreichte 708 HV1 mit einem Maximalwert von 712 HV1 bei 0,25 mm Randabstand. Die Kernhärte lag im Bereich um 385 HV1 (Mittelwert ab 1,0 mm Randabstand) (siehe Abbildung 143, links). Durch das Anheben der Prozessdrücke konnte die Manganeffusion an dieser Variante verringert werden (Abbildung 143, rechts). Während der Mangan-gehalt im Standardprozess auf unter 0,15 Ma.-% abfiel enthielt die Variante MEV noch knapp 0,4 Ma.-%. Eine auffällige Martensitmorphologie konnte nicht festgestellt werden (Abbildung 144 ff.).

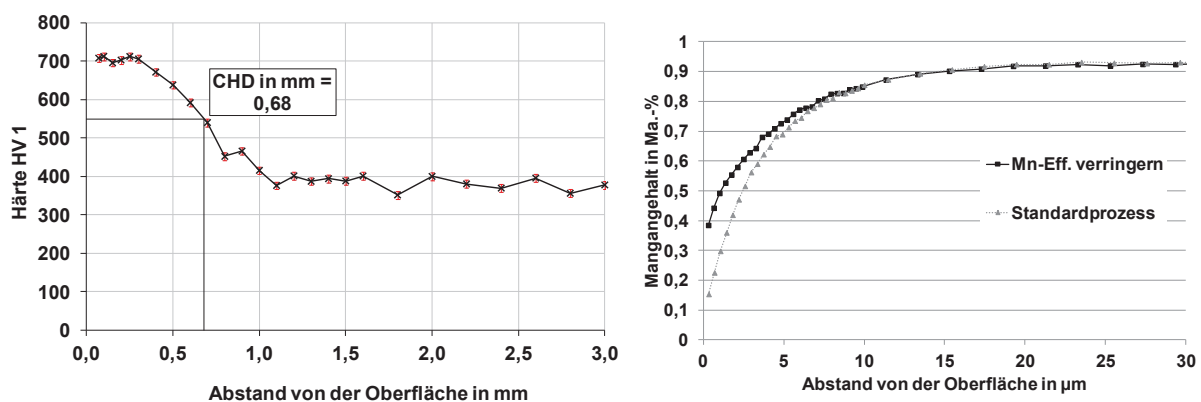


Abbildung 143: 20CrMo4, links: Härtetiefenverlauf der WB-Variante „Manganeffusion Verringern“, rechts GD-OES des Mangans der Variante MEV im Vergleich zum Standardprozess

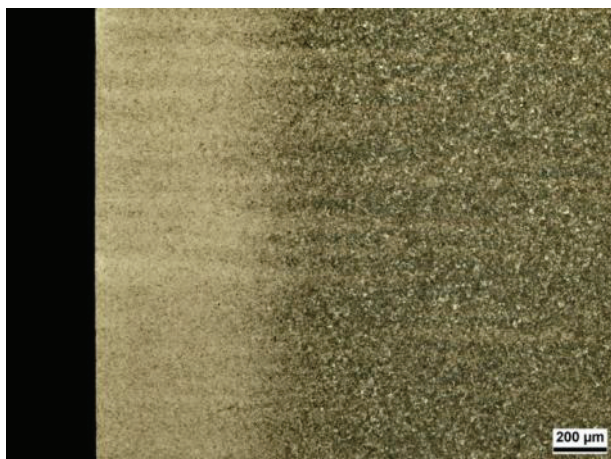


Abbildung 144: 20CrMo4, Randbereich

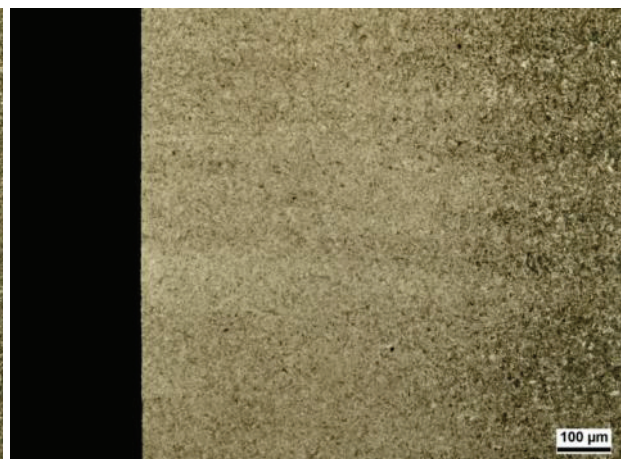


Abbildung 145: 20CrMo4, Randbereich

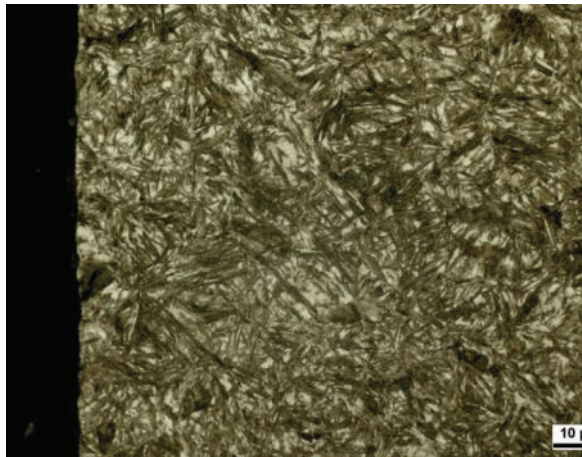


Abbildung 146: 20CrMo4, Randbereich

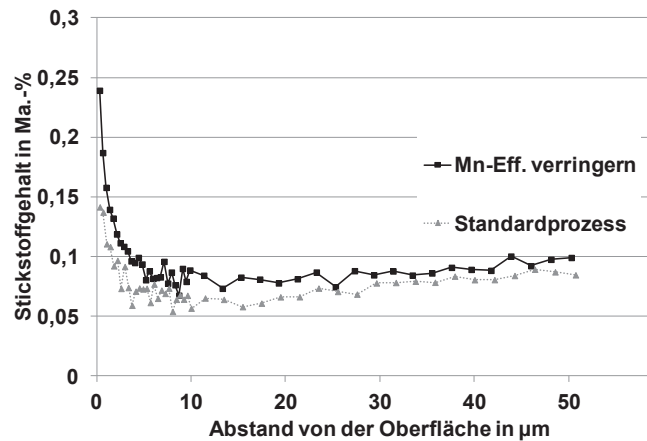
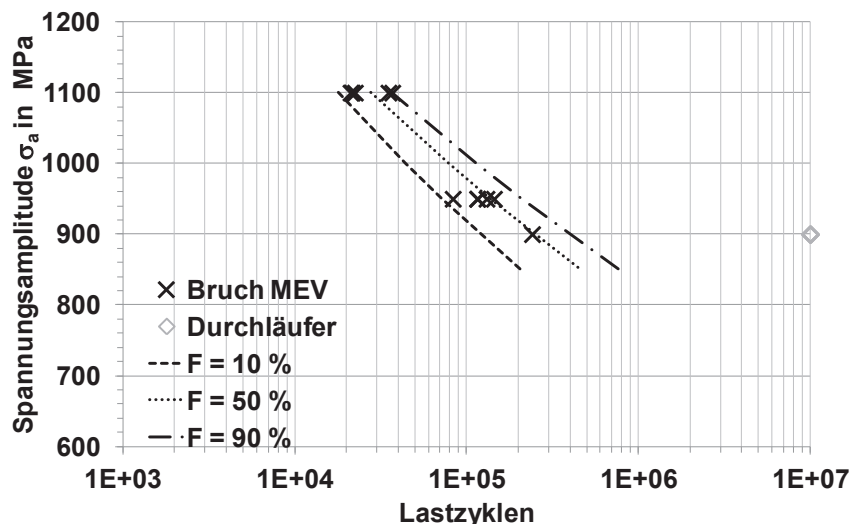


Abbildung 147: 20CrMo4, GD-OES des Stickstoffs der Variante MEV im Vergleich zum Standardprozess

Die Stickstoffzugabe führte möglicherweise zu einer geringen Erhöhung des Randstickstoffgehalts (Abbildung 147). Denkbar wäre auch eine leicht andere Kalibrierung der GD-OES und somit ein leichter Offset in der ohnehin anspruchsvollen Stickstoff-Messung.

Die ermittelten Brüche der Zeitfestigkeit sind in Abbildung 148 angegeben. Bei 1100 MPa erfolgten die Bruchereignisse im Bereich zwischen  $2 \cdot 10^4$  und  $4 \cdot 10^4$  Lastzyklen. Bei 950 MPa wurden knapp über  $10^5$  Lz erreicht. Die ersten Durchläufer ereigneten sich auf dem Lasthorizont mit 900 MPa, wobei eine Probe hier schon nach 240700 Lz brach.

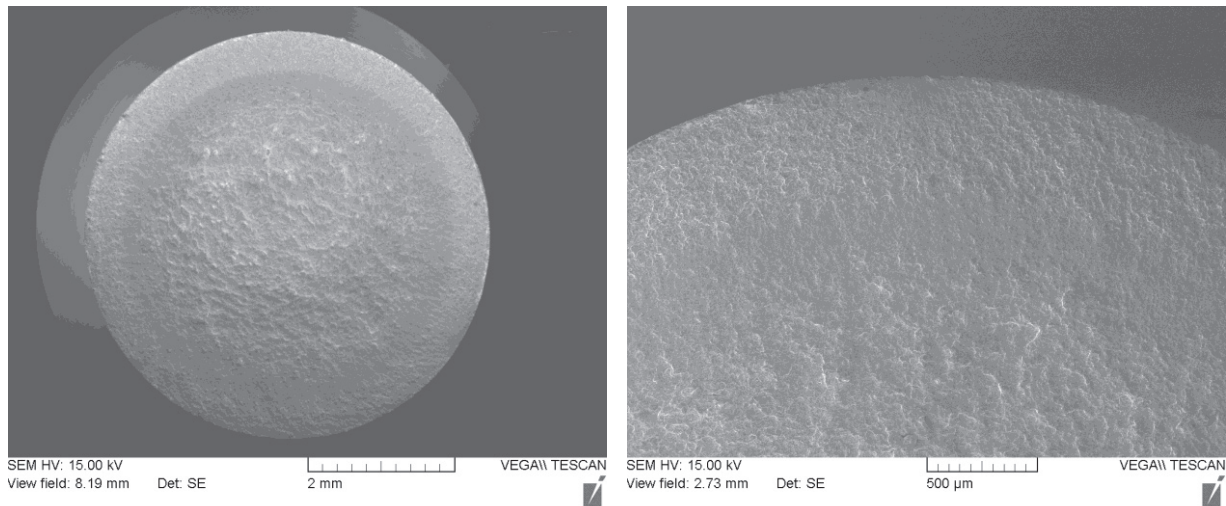
Die stichprobenartigen Bruchflächenanalysen ergaben Versagen von der Oberfläche aus. Exemplarisch findet sich eine REM Aufnahme in Abbildung 149.



| Spannungsamplitude in MPa | Lastzyklen |
|---------------------------|------------|
| 1100                      | 21126      |
| 1100                      | 21490      |
| 1100                      | 22394      |
| 1100                      | 35120      |
| 1100                      | 36952      |
| 950                       | 83130      |
| 950                       | 115277     |
| 950                       | 115810     |
| 950                       | 130742     |
| 950                       | 144467     |
| 900                       | 240721     |
| 900                       | 10000000   |
| 900                       | 10000000   |

Abbildung 148: Zeitfestigkeit des 20CrMo4 der Variante „Manganefusion vermindern“; in Zahlen: Tabelle rechts

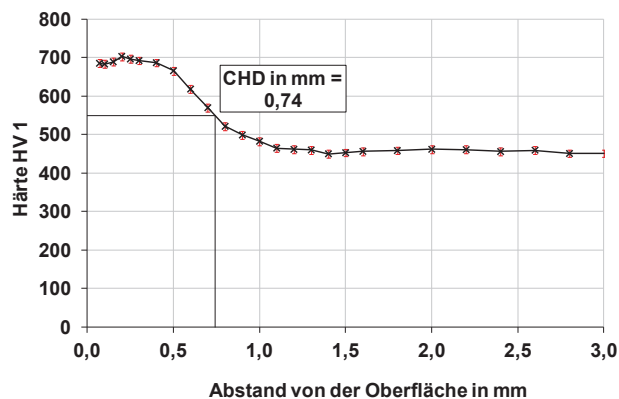




**Abbildung 149: 20CrMo4, Bruchfläche im REM, 1100 MPa - 36952 Lz**

#### 5.5.1.4 Carbidbildung vermeiden („CBV“)

Die Prozessführung zur Vermeidung der Carbidbildung während der Aufkohlung (mit dem Prozess (940°C)0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.25..0,5.40..(840°C)20.20) führte zu einer CHD von 0,74 mm. Die Randhärte betrug 685 HV1. Die Kernhärte lag um 457 HV1 (Mittelwert ab 1,0 mm Randabstand) (siehe Abbildung 150). Erwartungsgemäß lag eine carbidgefreie Randschicht vor (Abbildung 151).



**Abbildung 150: 18CrNiMo7-6, Härtetiefenverlauf der WB-Variante CBV**

Die Lebensdaueruntersuchungen der Variante CBV führten bei einer Nennspannung von 1100 MPa zu Bruchlastspielzahlen von  $2 \cdot 10^4$  bis  $4,2 \cdot 10^4$ . Auf dem niedrigeren Lasthorizont von 1050 MPa brach eine Probe schon nach  $8,2 \cdot 10^4$  Lastzyklen, während die höchste Lastspielzahl  $3,3 \cdot 10^6$  betrug.

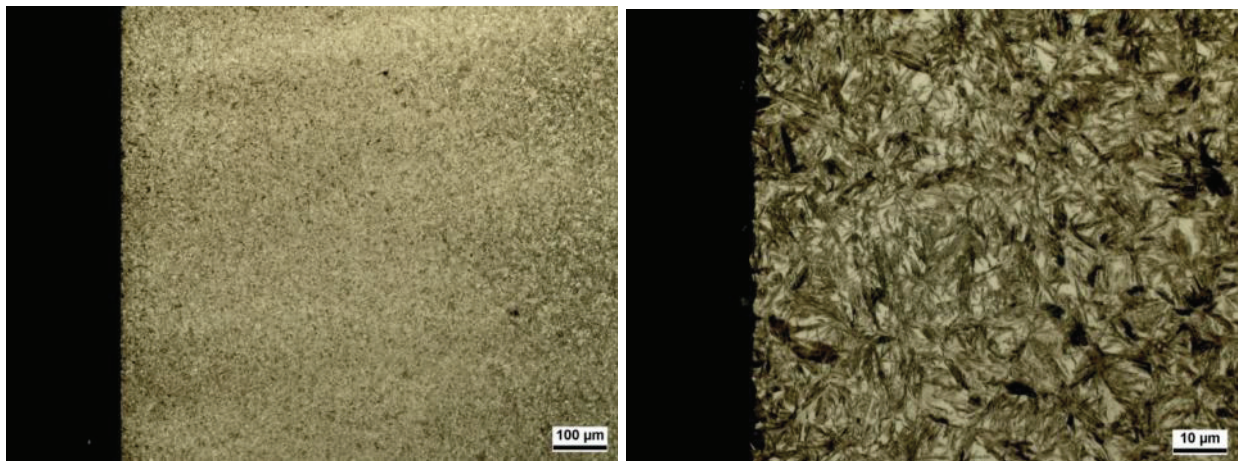


Abbildung 151: 18CrNiMo7-6, Randschicht CBV

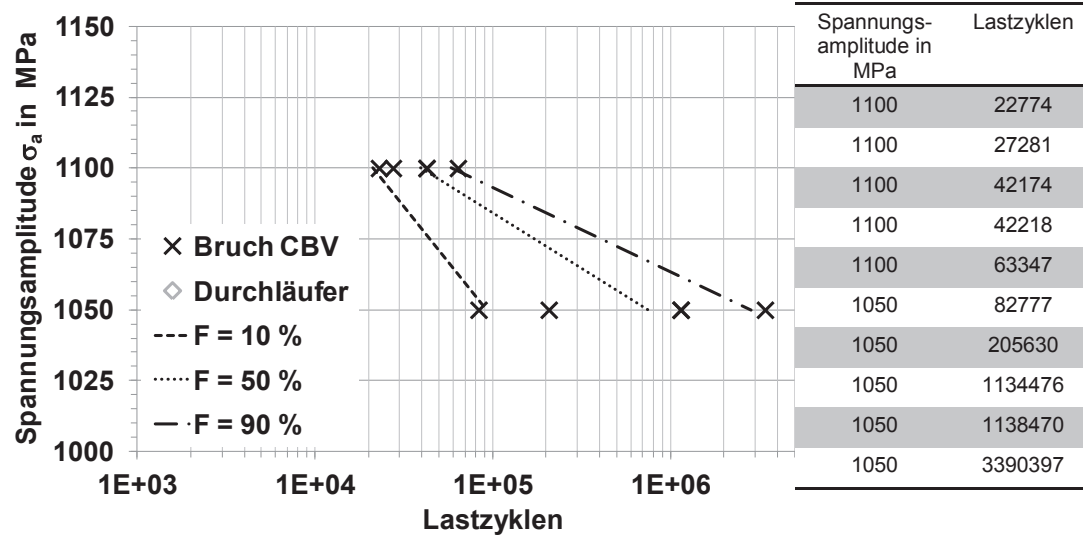


Abbildung 152: Ergebnisse der Lebensdaueruntersuchungen Variante CBV des 18CrNiMo7-6, rechts: in Zahlen

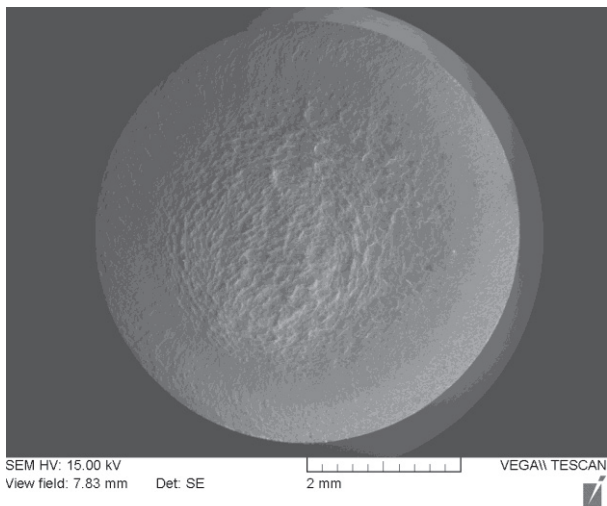


Abbildung 153: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM, 1050 MPa - 3390397 Lz

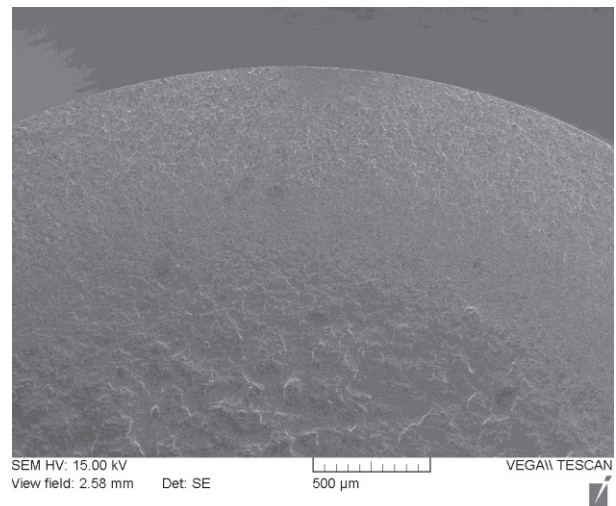


Abbildung 154: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM, 1050 MPa - 3390397 Lz

Die Prozessführung mit verkürzten Aufkohlungssegmenten zur Vermeidung der Carbidbildung auch während der Aufkohlungssegmente führte an 20CrMo4 zu einer CHD von 0,68 mm.

Die Prozessführung war: (940°C) 0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.25..0,5.40..(840 °C)20.20.

Die Randhärte erreichte 714 HV1 mit einem Maximalwert von 730 HV1 in 0,25 mm Randabstand. Die Kernhärte lag im Bereich um 379 HV1 (Mittelwert ab 1,0 mm Randabstand) (siehe Abbildung 155).

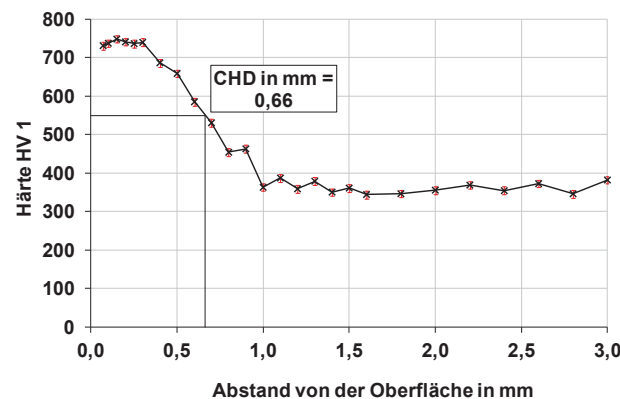
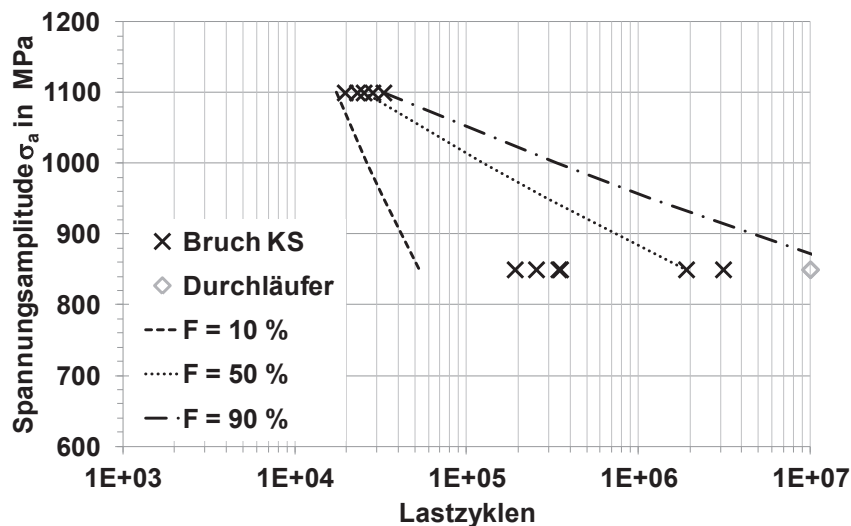


Abbildung 155: 20CrMo4, Härte-Härtetiefenverlauf der Variante CBV



| Spannungs-<br>amplitude<br>in MPa | Lastzyklen      |
|-----------------------------------|-----------------|
| 1100                              | 19563           |
| 1100                              | 23041           |
| 1100                              | 25200           |
| 1100                              | 28342           |
| 1100                              | 32823           |
| 850                               | 190872          |
| 850                               | 253897          |
| 850                               | 342885          |
| 850                               | 350505          |
| 850                               | 1897283         |
| 850                               | 3114517         |
| 850                               | 10 <sup>7</sup> |
| 850                               | 10 <sup>7</sup> |

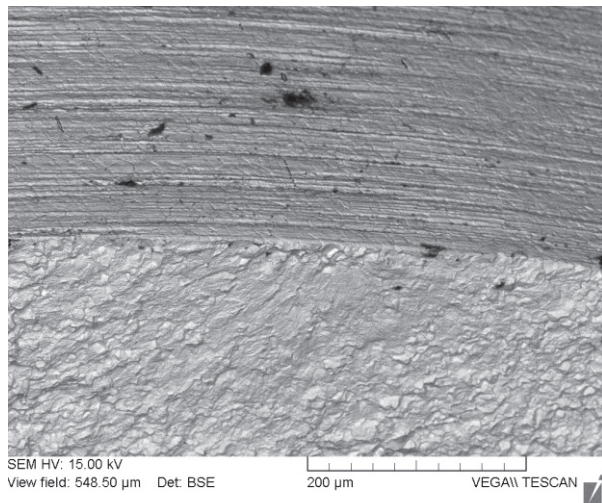
Abbildung 156: 20CrMo4, Zeitfestigkeit der Variante CBV; Tabelle rechts: in Zahlen

Abbildung 156 zeigt die Auswertung der Lebensdauerversuche der Wärmebehandlungsvariante des 20CrMo4 zur Vermeidung der Carbidbildung. Die nebenstehende Tabelle gibt die Übersicht über die erreichten Lastzyklen des entsprechenden Spannungshorizonts. Es zeigt sich, dass der Lasthorizont von 1100 MPa zu einer geringen Streuung in den Bruchereignissen führte. Die erreichten Lastzyklen lagen zwischen  $2 \cdot 10^4$  und  $3,2 \cdot 10^4$ . Die niedrige Span-

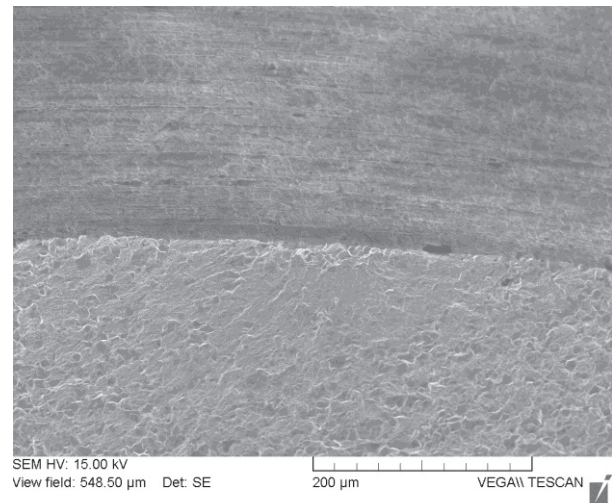


nungsamplitude von 850 MPa erzeugte Probenbrüche bei 190872 Lastzyklen bis hin zu Durchläufern, mit mehr als  $10^7$  Lastzyklen (Versuchsabbruch).

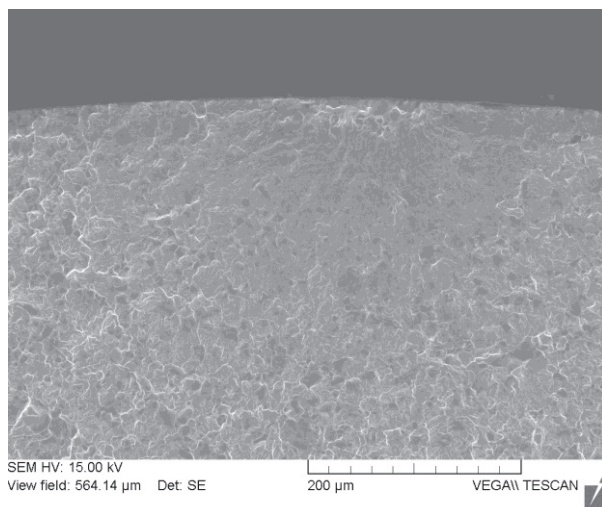
Die Untersuchungen der Bruchflächen im REM ergaben in allen Fällen ein Versagen von der Oberfläche aus (Abbildung 157 und Abbildung 158). Einige Proben zeigten Hinweise auf mehrfache Anrisse.



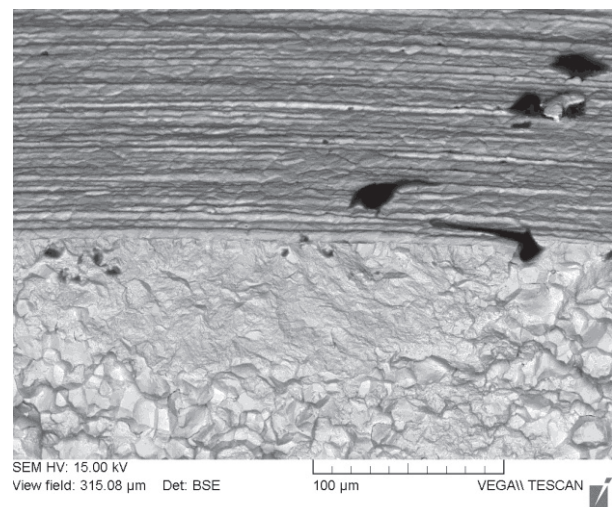
**Abbildung 157: 20CrMo4, Bruchfläche im REM,**



**850 MPa - 3114517 Lz**



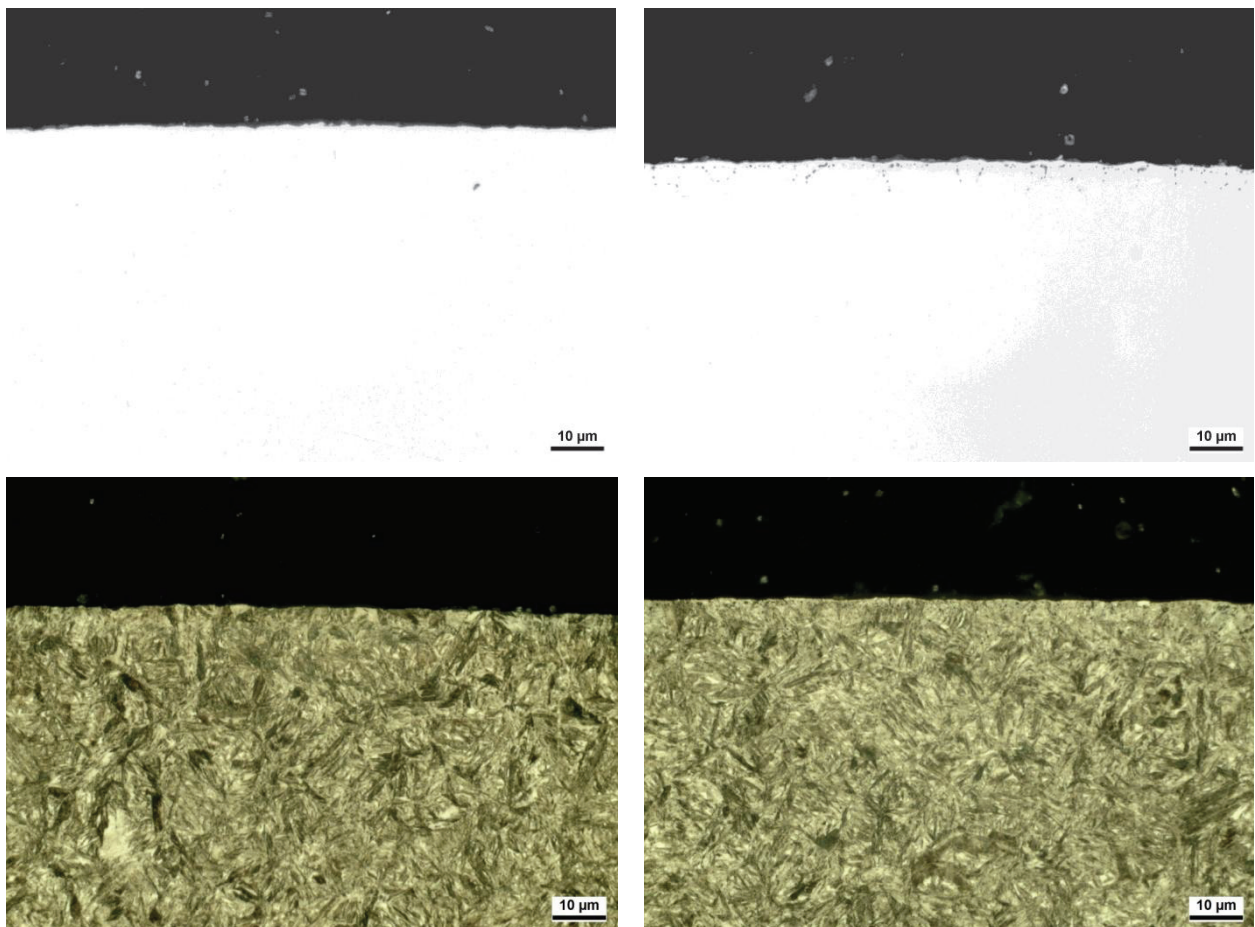
**Abbildung 158: 20CrMo4, Bruchfläche im REM,  
850 MPa - 3114517 Lz**



**Abbildung 159: 20CrMo4, Bruchfläche im REM,  
1100 MPa - 32823 Lz**

### 5.5.1.5 Voroxidation ("VOX")

Die Wärmebehandlung nach Kapitel 4.5.6.5 erzeugte an der voroxidierten Variante auch nach dem Aufkohlungsprozess zurückbleibende Oxide im Randbereich (siehe Abbildung 160). Diese verteilten sich offenbar entlang der Korngrenzen und reichten bis in einen Randabstand von ca. 7 µm. Im geätzten Schliff waren diese Ausscheidungen nur direkt unter dem Mikroskop erkennbar.



**Abbildung 160: 18CrNiMo7-6, Schliffbilder nicht voroxidiert (links), voroxidiert (rechts)**

Da alle Umlaufbiegeproben der Varianten "VOX" und "nicht VOX" in einer Charge wärmebehandelt wurden, lag an beiden Kontrollproben die exakt gleiche Einsatzhärtungstiefe von 0,63 mm vor. Hierbei erreichten beide Proben Randhärte- und Kernhärte- werte von 730 HV1 und Kernhärte- werte von 450 HV1 (Abbildung 161, rechts). Die mittels WLI erstellten Messungen der Ober- flächen ergaben an 8 gleichermaßen voroxidierten und anschließend wärmebehandelten Proben die in Abbildung 161 links dargestellten Werte der Furchenanalyse. Probe Nummer 9 stellt eine nicht voroxidierte Referenzprobe dar. Es zeigt sich, dass diese eine deutlich von den voroxidierten abweichende Furchenbildung aufweist. Dies wurde ebenfalls in den zuvor durchgeführten Grundlagenversuchen (siehe Kapitel 5.2.3, Seite 83 und 5.4.1, Seite 100) festgestellt.

Im Gegensatz zu den anderen Varianten handelte es sich bei diesen Umlaufbiegeproben um eine durch ein Polieren im Prüfbereich veränderte Variante. Der Prüfquerschnitt wurde we- gen der als höher zu erwartenden Festigkeit auf 5,2 mm verringert. Deswegen wurde eine neue Vergleichsvariante mit geprüft, bei der auf ein Voroxidieren verzichtet wurde. Diese Vergleichsvariante durchlief ansonsten alle Fertigungsschritte der Variante VOX. Beide Vari- anten wurden auf den Lasthorizonten 1200 und 1000 MPa geprüft. Die Lage der Brüche ist

in Abbildung 162 zusammenfassend dargestellt. Die exakten Zahlenwerte zu diesem Diagramm sind Tabelle 5-4 zu entnehmen. Sie enthält zusätzlich die für die Weibullverteilung auf den Horizonten ermittelten Parameter. Für deren Berechnung nach der Maximum Likelihood-Methode wurden die letzten 3 Durchläufer der Variante VOX auf dem Lasthorizont 1000 MPa verworfen.

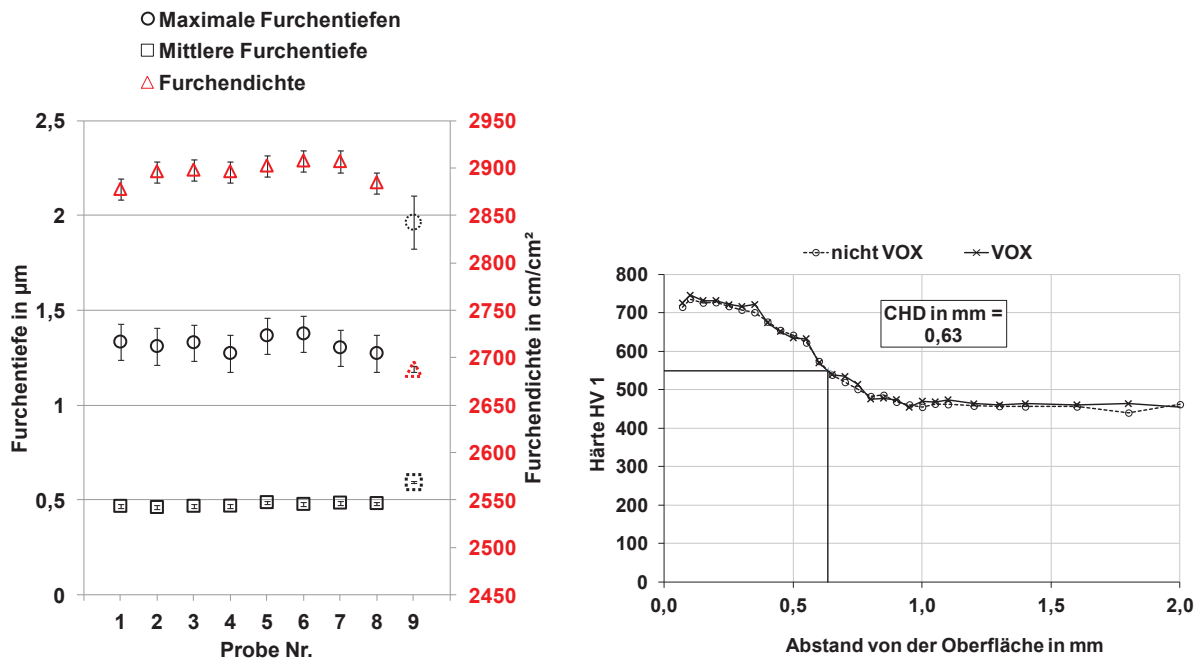


Abbildung 161: 18CrNiMo7-6, links: Furchenanalyse mittels WLI an VOX und Vergleichsvariante nicht VOX rechts: Härteverläufe, Varianten VOX und nicht VOX

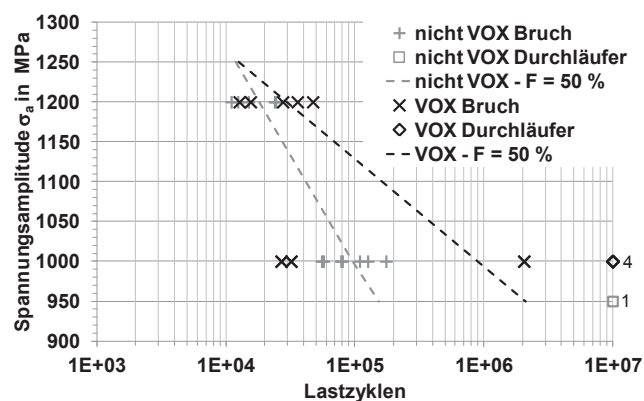


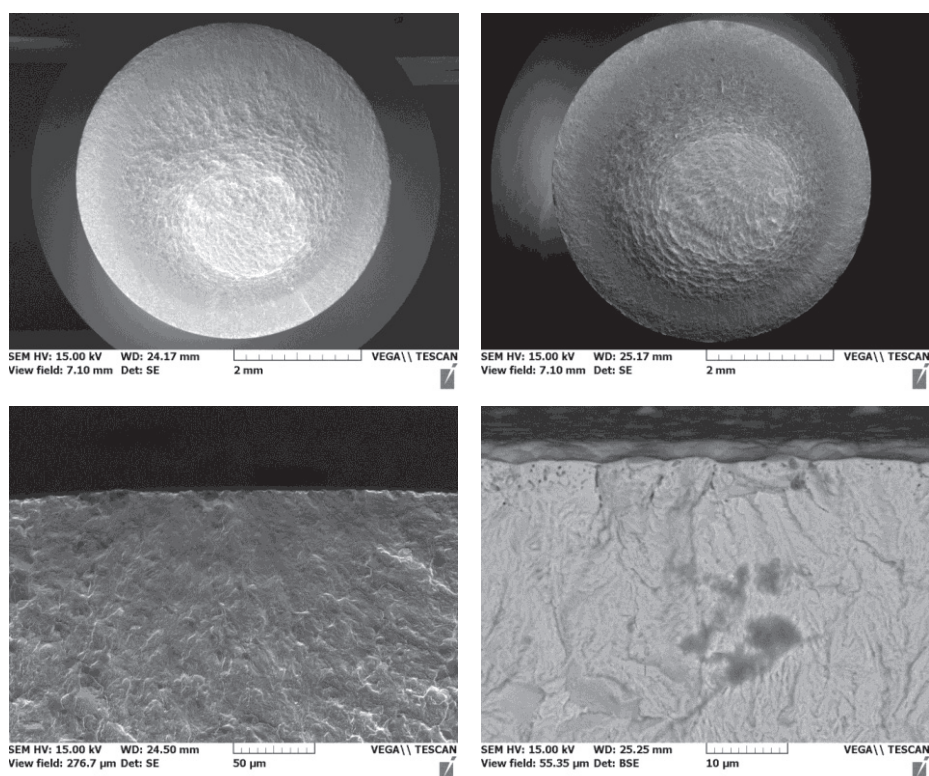
Abbildung 162: 18CrNiMo7-6, Zeitfestigkeit voroxidiert "VOX" und nicht voroxidiert "nicht VOX"



**Tabelle 5-4: 18CrNiMo7-6, Zeitfestigkeit voroxidiert "VOX" und nicht voroxidiert "nicht VOX" in Zahlen**

| VOX                            |            |                           | nicht VOX                      |            |                           |
|--------------------------------|------------|---------------------------|--------------------------------|------------|---------------------------|
| Spannungs-<br>amplitude in MPa | Lastzyklen | N <sub>63</sub><br>-<br>m | Spannungs-<br>amplitude in MPa | Lastzyklen | N <sub>63</sub><br>-<br>m |
| 1200                           | 12717      | 31547<br>-<br>2,37        | 1200                           | 11016      | 19378<br>-<br>3,4         |
| 1200                           | 15534      |                           | 1200                           | 12389      |                           |
| 1200                           | 26888      |                           | 1200                           | 14986      |                           |
| 1200                           | 27648      |                           | 1200                           | 23866      |                           |
| 1200                           | 32025      |                           | 1200                           | 24386      |                           |
| 1000                           | 35901      | 24445805<br>-<br>0,33     | 1000                           | 55371      | 109862<br>-<br>2,63       |
| 1000                           | 47277      |                           | 1000                           | 57176      |                           |
| 1000                           | 2051020    |                           | 1000                           | 78137      |                           |
| 1000                           | 10000000   |                           | 1000                           | 80180      |                           |
| 1000                           | 10000000   |                           | 1000                           | 109106     |                           |
| 1000                           | 10000000   |                           | 1000                           | 126125     |                           |
| 1000                           | 10000000   |                           | 1000                           | 174690     |                           |
|                                |            |                           | 950                            | 10000000   |                           |

REM Analysen der Bruchflächen ergaben für die untersuchten Proben Rissausgänge von der Oberfläche aus. In Einzelfällen konnten mehrere Ursprungsorte für das Versagen der Probe gefunden werden (Abbildung 163). In der Aufnahme unten rechts sind in der Bruchfläche die auch an den Schliffbildern der voroxidierten Variante festgestellten Oxide im direkten Randbereich zu erkennen.

**Abbildung 163: 18CrNiMo7-6, Bruchfläche im REM, links: nicht VOX, rechts: VOX**

## 5.5.2 Pulsatorversuche der Zahnradvarianten

### 5.5.2.1 Referenzprozess: gasaufgekocht und reinigungsgestrahlt ("GARS")

Das Gasaufkohlen mit Abschrecken in Öl und anschließendem Reinigungsstrahlen erzeugte an 18CrNiMo7-6 eine CHD von 0,80 mm mit Randhärten von bis zu 680 HV1 an der 30°-Tangente der Zahnfußrundung. Der Randkohlenstoffgehalt lag bei 0,70 Ma.-%. Wie Abbildung 165 zu entnehmen ist, betrug die Tiefe der Randoxidation etwa 8 µm. Der nicht von der ROX beeinflusste Bereich war martensitisch mit einem Restaustenitanteil von bis zu 30 %, gemessen in 18 µm Abtragstiefe.

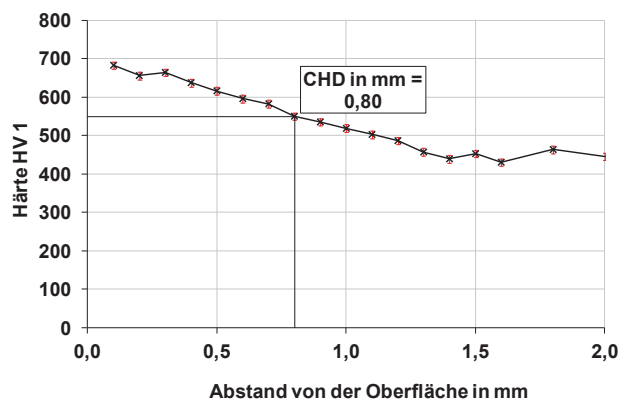
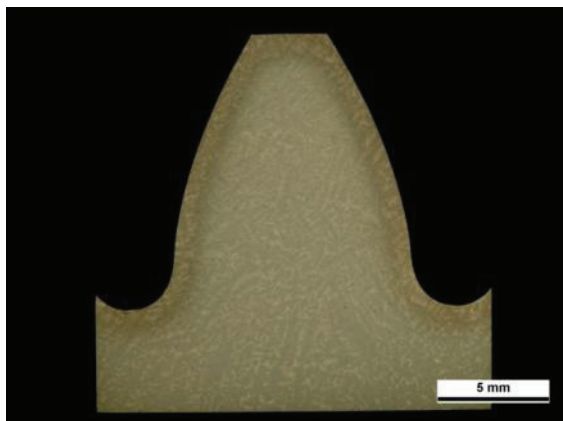


Abbildung 164: 18CrNiMo7-6, links: Metallographisches Schliffbild eines Zahnsegments, rechts: Härteverlauf entlang der 30°-Tangente zum Zahnfuß (GARS18)



Abbildung 165: 18CrNiMo7-6, links: ungeätzter Schliff der Variante GARS18, Randoxidation, rechts: Randgefüge im geätzten Schliff

Das Kerngefüge stellte sich als angelassener kohlenstoffarmer Martensit mit bainitischen Anteilen ein. Die physikalischen Analysen ergaben Eigenspannungen von bis zu -500 MPa an der direkten Oberfläche, welche randnah im Abstand von 193 µm auf -166 MPa sanken. Im weiteren Verlauf "stiegen" sie bis in 600 µm Oberflächenabstand leicht auf -280 MPa.



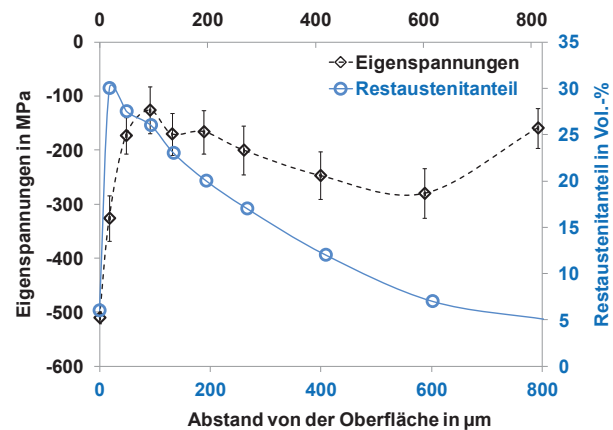


Abbildung 166: 18CrNiMo7-6, links: Kerngefüge GARS18, rechts: Eigenspannungs- und Restaustenitverlauf

Das in den Pulsatorversuchen ermittelte Wöhlerdiagramm zeigte im Bereich der Zeitfestigkeit, von -90 kN Prüflast ausgehend, eine sehr geringe Streuung in den erreichten Lastspielzahlen (Abbildung 167). Die Bruchwahrscheinlichkeit des Zahnfußes von 50 % geht bei etwa  $4 \cdot 10^5$  Lastzyklen in die Dauerfestigkeit über. Im Vergleich zur Zeitfestigkeit ist der Vertrauensbereich zwischen 10 % und 90 % Bruchwahrscheinlichkeit der Dauerfestigkeit weiter aufgespannt (Abbildung 167). Auf dem Lasthorizont von  $-70 \text{ kN}$  stellte sich mit über  $9 \times 10^6$  Lastzyklen noch ein sehr später Bruch ein.

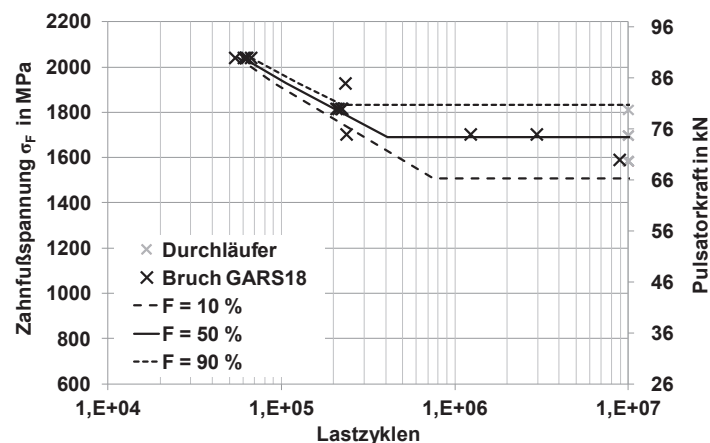


Abbildung 167: 18CrNiMo7-6, Wöhlerlinie der Wärmebehandlungsvariante GARS18

An 20MoCrS4 erzeugte die Gasaufohlung mit anschließendem Reinigungsstrahlen eine CHD von 0,55 mm bei Randhärtewerten um 735 HV1 in Richtung der 30°-Tangente an die Zahnfußrundung. Der Randkohlenstoffgehalt lag bei 0,79 Ma.-%. Die Randoxidation betrug ca. 15 µm. An einzelnen Stellen entlang von gestreckten Mangansulfiden wurden höhere Werte bis zu 20 µm erreicht. Das Randgefüge war martensitisch mit durchschnittlich

12,5 Vol.-% Restaustenit (Abbildung 169). Der maximale Restaustenitgehalt ergab sich nach Analysen zu 21 Vol.-% in 56  $\mu\text{m}$  Oberflächenabstand (Abbildung 170, rechts).

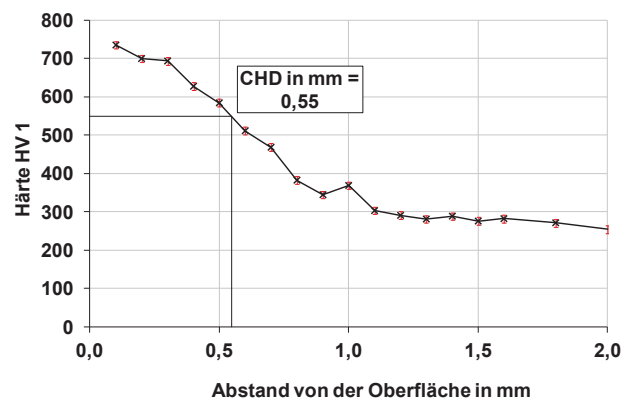
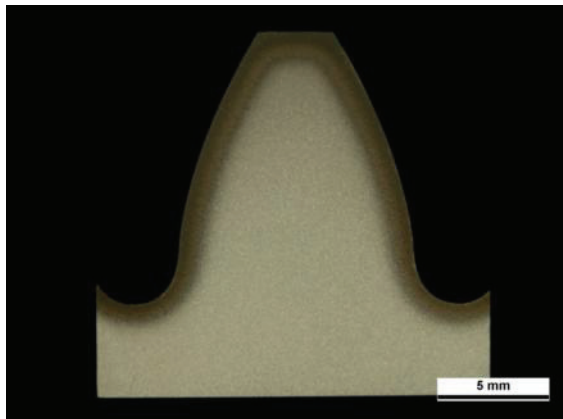


Abbildung 168: 20MoCrS4, links: Metallographisches Schliffbild eines Zahnsegments, rechts: Härteverlauf entlang der 30°-Tangente zum Zahnfuß (Variante GARS20)

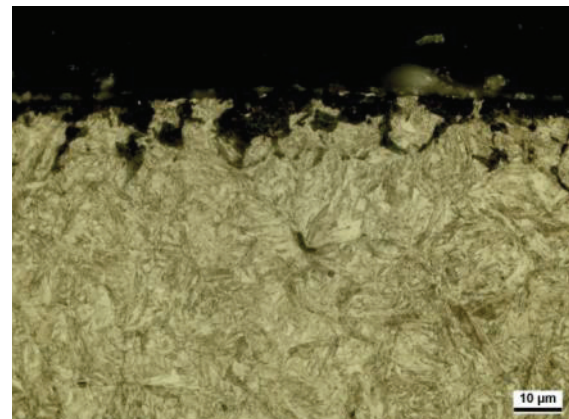
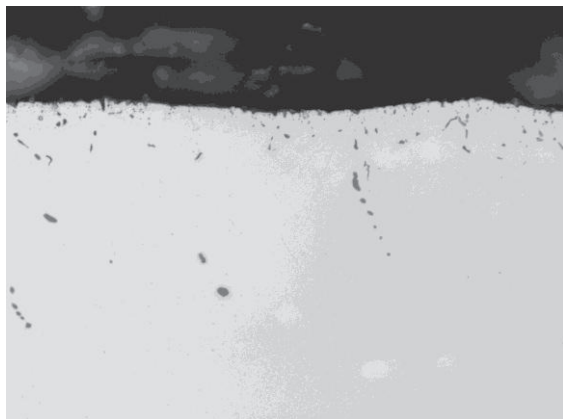


Abbildung 169: 20MoCrS4, links: ungeätzter Schliff der Variante GARS20, Randoxidation, rechts: Randgefüge im geätzten Schliff

Das Kerngefüge setzte sich aus einem angelassenen Mischgefüge aus Bainit und Martensit zusammen. Stellenweise werden die Charakteristika eines feinen, angelassen Perlits angedeutet (Abbildung 170, links).

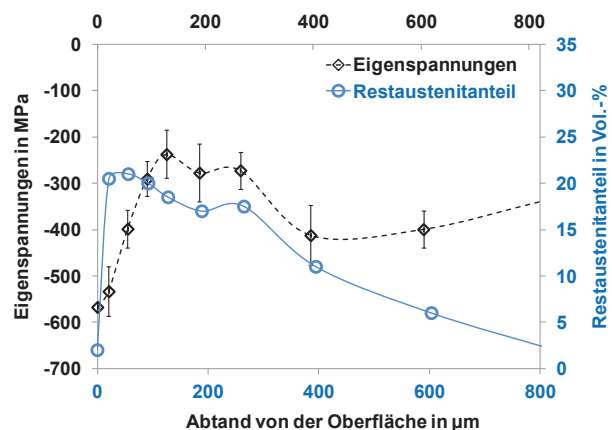


Abbildung 170 links: 20MoCrS4, Kerngefüge GARS20, rechts: Eigenspannungs- und Restaustenitverlauf

Das aus den Pulsatorversuchen erstellte Wöhlerdiagramm der Variante GARS 20MoCrS4 wies im Zeitfestigkeitsbereich im Vergleich zur gleichen Wärmebehandlungsvariante am 18CrNiMo7-6 etwas höhere Streuung auf (Abbildung 171). Die Dauerfestigkeit mit einer Bruchwahrscheinlichkeit von 50 % ging bei etwa  $5,8 \cdot 10^5$  Lastzyklen in die Dauerfestigkeit über. Auf dem Lasthorizont von -65 kN Pulsatorprüfkraft konnten von 5 geprüften Zahnpaaren keine Brüche mehr erzeugt werden. Im Übergangsbereich stellte sich bei -70 kN Pulsatorprüfkraft ein im Vergleich zu den höheren Lasthorizonten recht früher Bruch um  $2 \cdot 10^5$  Lastzyklen ein.

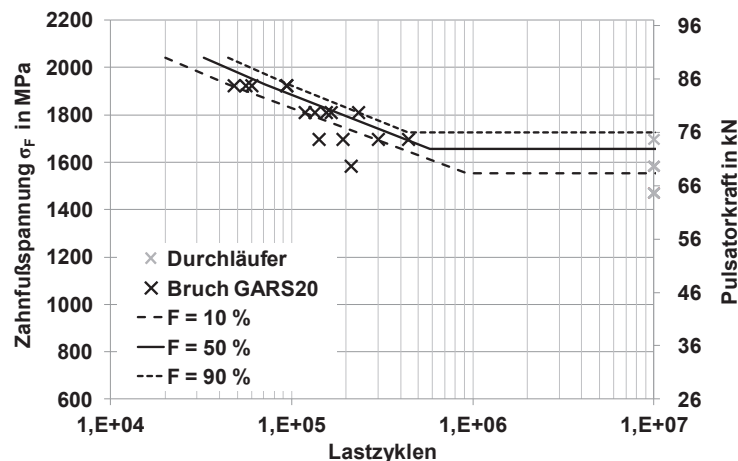


Abbildung 171: 20MoCrS4, Wöhlerlinie in der Wärmebehandlungsvariante Gasaufkohlung und Reinigungsstrahlen (GARS20)

#### 5.5.2.2 Vergleichsprozess Niederdruck-Aufkohlen ("NDAK")

Das Niederdruck-Aufkohlen<sup>2</sup> ohne weitere Optimierungsmaßnahmen erzeugte an 18CrNiMo7-6 eine CHD von 0,88 mm. Der Randkohlenstoffgehalt betrug 0,74 Ma.-% bei einem RandhärteWert von 684 HV1 (Abbildung 172). Das Randgefüge war martensitisch mit maximal 18,5 Vol.-% Restaustenit in 19 µm und ebenfalls 158 µm Oberflächenabstand. Der

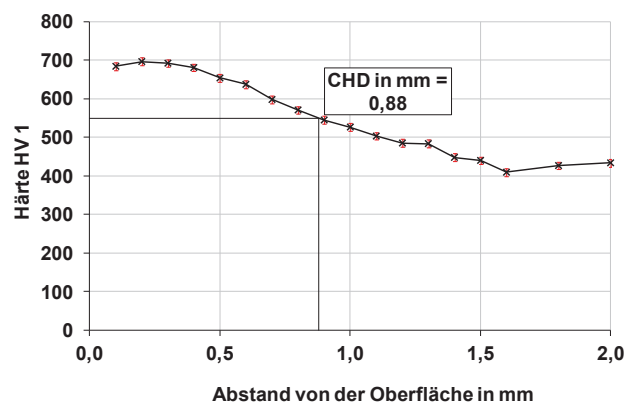
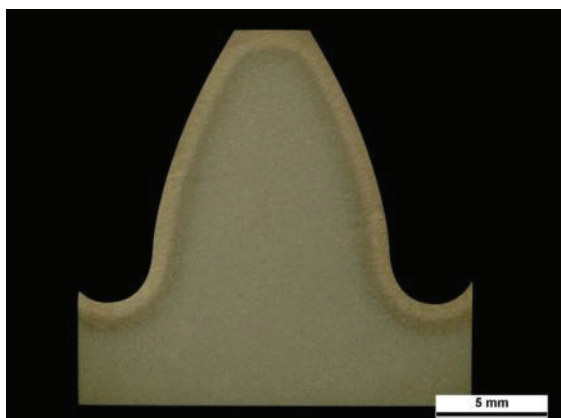


Abbildung 172: 18CrNiMo7-6, links: metallographisches Schliffbild eines Zahnsegments, rechts: Härteverlauf entlang der 30°-Tangente zum Zahnfuß (Variante NDAK18)

<sup>2</sup> ((940 °C)2.20..2.30..2.60..2.60..2.100(840 °C)20.40

Niederdruckprozess an 18CrNiMo7-6 erzeugte keinerlei im Lichtmikroskop nachweisbare Randoxidation (Abbildung 173). Die Eigenspannungen lagen bei -185 MPa direkt am Rand und stiegen in 250  $\mu\text{m}$  Randabstand auf das gemessene Maximum von -270 MPa (Abbildung 174).

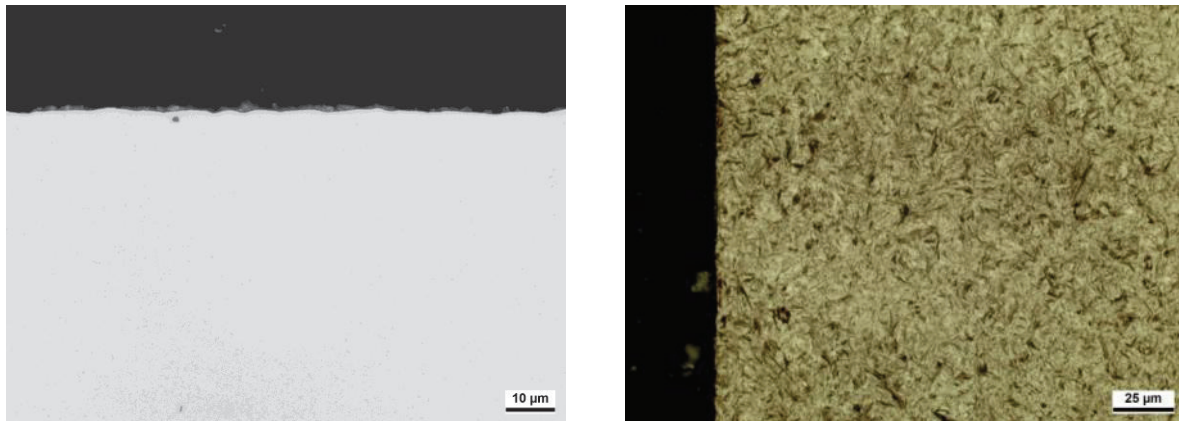


Abbildung 173: links: ungetätzter Schliff der Variante NDAK18, rechts: Randgefüge im getätzten Schliff

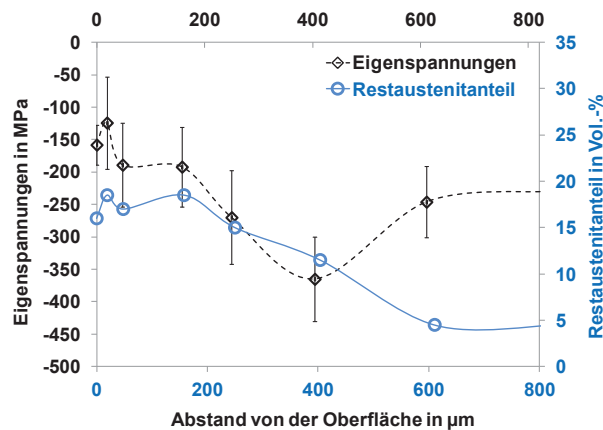


Abbildung 174: Eigenspannungs- und Restaustenitverlauf der Variante NDAK18

Das erstellte Wöhlerdiagramm für die Variante NDAK des 18CrNiMo7-6 zeigt Abbildung 175. Im Vergleich zu den vorangegangenen Diagrammen der Varianten GARS an beiden Werkstoffen (Abbildung 167 und 183) fällt zunächst die weitaus höhere Streuung der erreichten Lastzyklen auf den geprüften Lasthorizonten auf. Bei -85 kN brach ein Zahn bereits bei  $4 \cdot 10^4$  Lastzyklen, während ein anderer Zahn  $2,8 \cdot 10^6$  Lz erreichte. Diese Variante erzeugte im Wöhlerdiagramm in der Zeitfestigkeit weit aufspannende Basquin-Linien in der Zeitfestigkeit. Auch der 80-% Vertrauensbereich der Dauerfestigkeit liegt mit einer Differenz von 17 kN zwischen den Bruchwahrscheinlichkeiten von 10 % und 90 % am höchsten. Die dauerfeste Bruchwahrscheinlichkeit von 10 % wurde auf -58 kN bestimmt. Die Bruchwahrscheinlichkeit von 50 % ging bei  $1,63 \cdot 10^6$  Lz und -68 kN in die Dauerfestigkeit über.

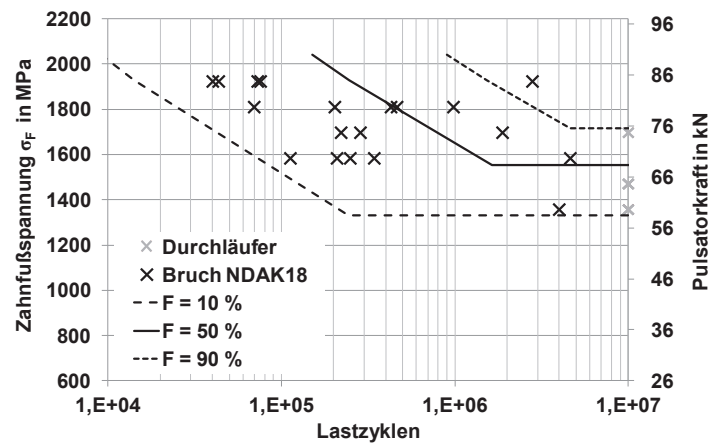


Abbildung 175: 18CrNiMo7-6, Wöhlerlinie in der Wärmebehandlungsvariante Niederdruck-Aufkohlen (NDAK18)

Das Niederdruck-Aufkohlen<sup>3</sup> ohne weitere Optimierungsmaßnahmen führte an 20MoCrS4 zu einer CHD von 0,47 mm. Der Randkohlenstoffgehalt betrug 0,82 Ma.-% bei einem Randhärtewert von 734 HV1 (Abbildung 176). Der Härteverlauf zeigt einen starken Härteabfall im Bereich um 0,4 mm Randabstand. Das Randgefüge war martensitisch mit maximal 17,5 Vol.-% Restaustenit in 160 µm Oberflächenabstand. Der Niederdruckprozess erzeugte auch an 20MoCrS4 keinerlei im Lichtmikroskop nachweisbare Randoxidation. In Analysen wurden maximal -416 MPa Eigenspannung festgestellt (direkt am Rand, Abbildung 177).

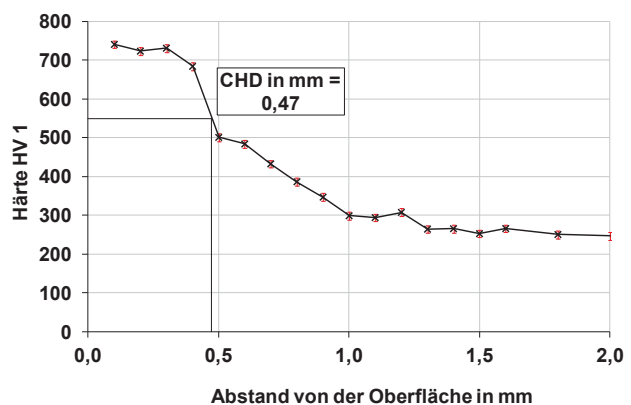
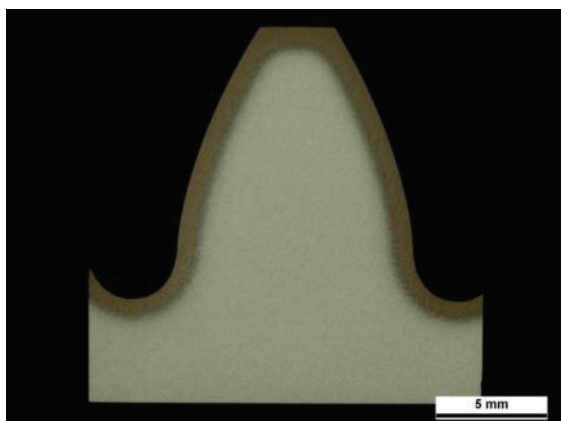


Abbildung 176: 20MoCrS4, links: Metallographisches Schliffbild eines Zahnsegments, rechts: Härteverlauf entlang der 30°-Tangente zum Zahnfuß (Variante NDAK20)

<sup>3</sup> ((940 °C) 2.10..2.20..2.20..2.30..2.60..2.60..2.80(840 °C)20.40



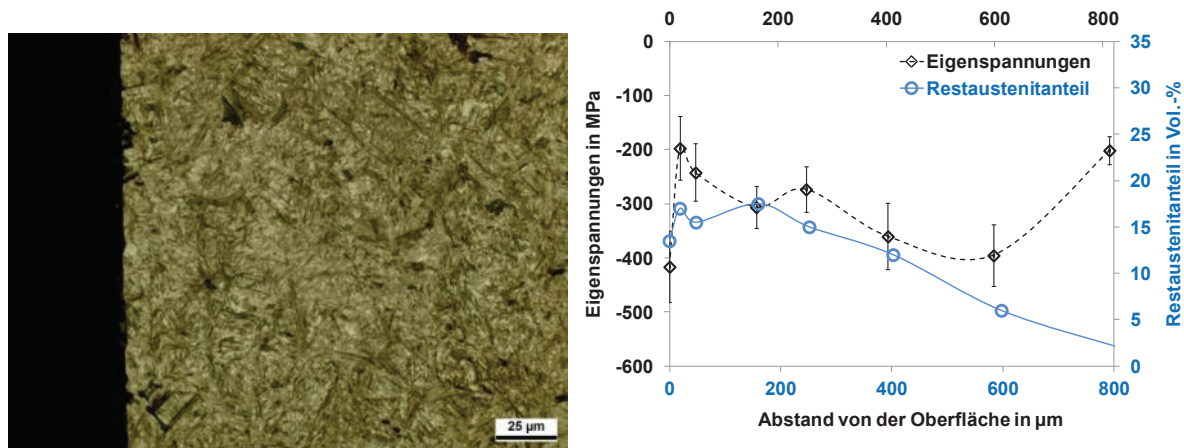


Abbildung 177: 20MoCrS4, links: Randgefüge im geätzten Schliff, rechts: RA- und ES Verlauf der Variante NDAK20

Die erstellte Wöhlerlinie der Variante NDAK20 an 20MoCrS4 ist in Abbildung 178 dargestellt. Im Vergleich zu Abbildung 175 fällt zunächst die geringe Streuung im Zeitfestigkeitsbereich auf. Die Basquin-Linie für eine Bruchwahrscheinlichkeit von 50 % lag bei -80 kN Pulsatorprüflast um  $3,9 \cdot 10^4$  Lastzyklen und ging bei -56,5 kN und  $4,8 \cdot 10^5$  Lastzyklen in die Dauerfestigkeit über. Es fand ein sehr schneller Übergang in die Dauerfestigkeit statt. Bei -55 kN wurde noch ein Bruch festgestellt, während bei -50 kN nur noch Durchläufer erzeugt wurden.

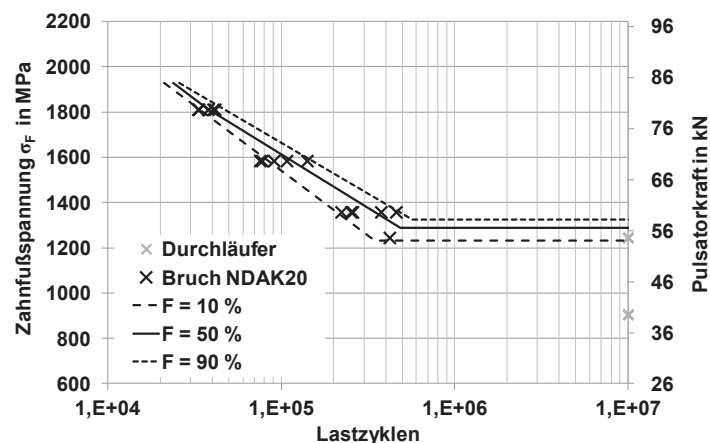


Abbildung 178: 20MoCrS4, Wöhlerlinie in der Wärmebehandlungsvariante NDAK20

### 5.5.2.3 Optimierungsprozess 18CrNiMo7-6 ("Opt.-18")

Die in Hinsicht auf die Manganeffusion sowie die Carbidgebung optimierte und in einem abschließenden Prozesssegment niederdruck-carbonitrierte<sup>4</sup> Variante am 18CrNiMo7-6 lag nach Erstellung von Härteverläufen mit einer CHD von 1,01 mm vor (Abbildung 179, o. r.). Der Randkohlenstoffgehalt betrug 0,72 Ma.-% und der Randstickstoffgehalt 0,63 Ma.-%. Es

<sup>4</sup> ( $C_2H_2$ , 940 °C)0,5.15..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.30..0,5.40..0,5.70..( $NH_3$ , 50 mbar, 840 °C)30.90  
126

ist ersichtlich, dass der Stickstoffverlauf einen steil abnehmenden Gradienten aufweist. Hieran ist ein zu Acetylen vergleichsweise niedriges Stickstoffpotential der Atmosphäre, einhergehend mit einem geringen Diffusionskoeffizienten, erkennbar. Auch an dieser Variante konnte keine Randoxidation festgestellt werden. In dem Randbereich hoher interstitieller Elementgehalte wurden Restaustenitanteile bis zu 23,5 Vol.-% an der direkten Oberfläche ermittelt. Aus diesem Grund lag die Härte direkt am Rand bei 640HV1 und steigt zunächst, mit abnehmendem Restaustenitgehalt, auf bis zu 720 HV1 in etwa 250  $\mu\text{m}$  Oberflächenabstand. Die Eigenspannungen lagen mit -13 MPa auf dem geringsten Wert aller untersuchten Varianten und an der Oberfläche somit nahezu bei null.

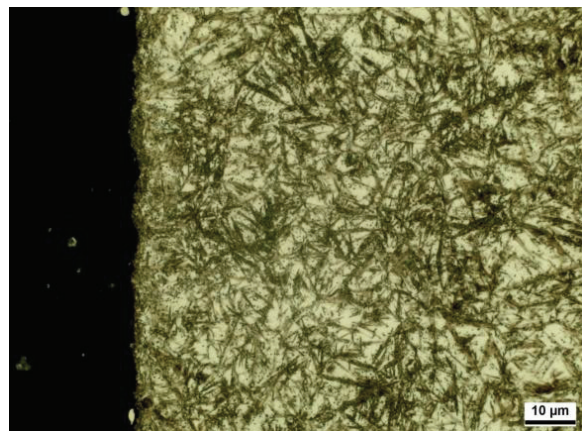
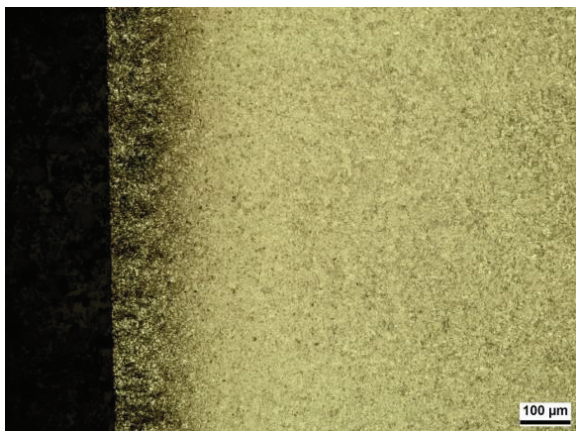
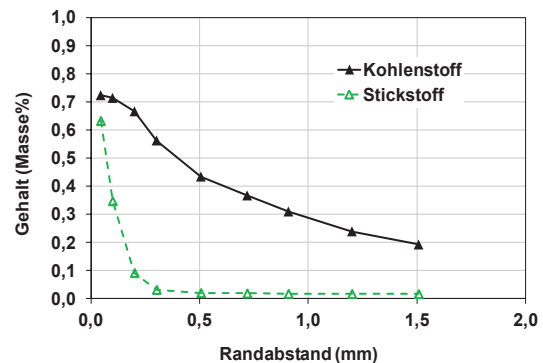
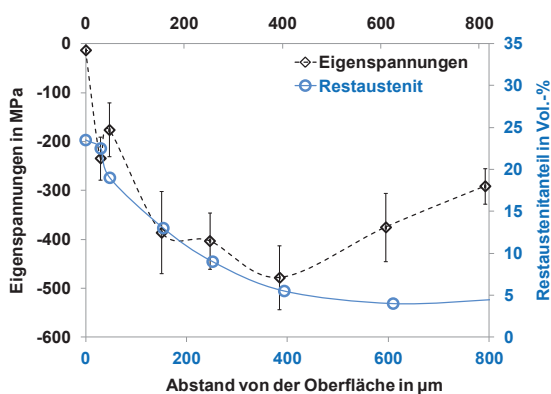


Abbildung 179: 18CrNiMo7-6, Variante Opt.-18, o.l.: Schliffbild ungeätzt, o.r.: Härteverlauf, m.l.: ES und RA, m.r.: Elementverlauf für C und N, u.l.: Randgefüge, u.r.: Randgefüge

Das an dieser Variante erstellte Wöhlerdiagramm ist in Abbildung 180 dargestellt. Auch hier lagen die Brüche im Zeitfestigkeitsgebiet mit einer großen Streuung vor. Weiterhin auffällig im Vergleich zu anderen Varianten, aber nicht vollkommen ungewöhnlich, waren die auf niedrigeren Lasthorizonten früher einsetzenden Brüche (siehe -85, -80 und -75 kN). Die Basquin-Linie für 10 % Bruchwahrscheinlichkeit konnte nur ohne Berücksichtigung des Lasthorizonts von -85 kN erstellt werden, da sonst eine negative Steigung vorgelegen hätte. Dies wäre mit großer Wahrscheinlichkeit bei höherem Stichprobenumfang nicht eingetreten und war somit ein statistischer Effekt. Der Zeitfestigkeitsbereich stellte sich im Vergleich zu den anderen Varianten recht steil dar und fiel mit 10 kN pro Dekade. Der Übergang in die Dauerfestigkeit bei einer Bruchwahrscheinlichkeit von 50 % wurde auf -66,3 kN bei  $4,3 \cdot 10^5$  Lastzyklen bestimmt. Diese Variante zeigte ebenfalls einen geringen Spannungsbereich, in dem von vergleichsweise frühen Brüchen in die Dauerfestigkeit übergegangen wurde.

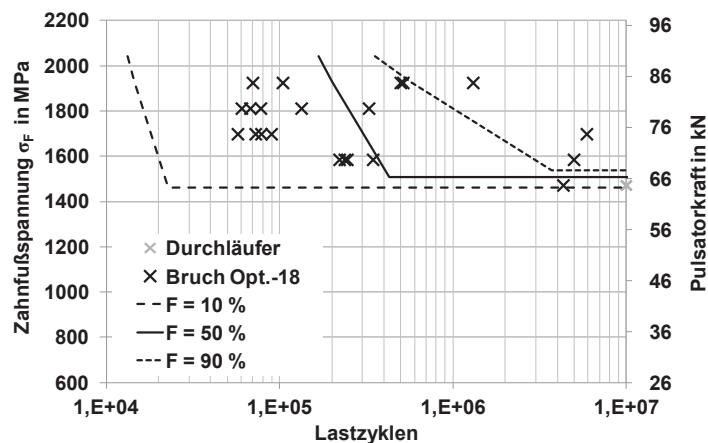


Abbildung 180: 18CrNiMo7-6, Wöhlerdiagramm der Optimierungsvariante Opt.-18

#### 5.5.2.4 Optimierungsprozess 20MoCrS4 ("Opt.-20")

Die in Hinsicht auf die Manganeffusion sowie die Carbidbildung optimierte und in einem abschließenden Prozesssegment niederdruck-carbonitrierte<sup>5</sup> Variante am 20MoCrS4 lag nach Erstellung von Härteverläufen mit einer CHD von 0,27 mm vor (Abbildung 181). Der Randkohlenstoffgehalt betrug 0,66 Ma.-% und der Randstickstoffgehalt 0,14 Ma.-%. Die Randhärte wurde auf 685 HV1 bestimmt (Abbildung 182).

Die Ursache für die geringe CHD konnte nicht geklärt werden. Obwohl die Aufkohlungstiefe der Begleitprobe für die zwar geringe Härtebarkeit hoch genug liegen müsste, um mindestens 0,5 mm Einsatzhärtungstiefe im Zahnfuß zu erzeugen, konnte auch in Verifikationsmessungen keine höhere CHD ermittelt werden. Da allerdings die Lebensdaueruntersuchungen be-

<sup>5</sup> (C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>, 940 °C)0,5.15..0,5.20..0,5.20..0,5.20..0,5.30..0,5.40..0,5.70..(NH<sub>3</sub>, 50 mbar, 840 °C)30.90  
128

reits begonnen hatten bevor, die aufwendige Probenpräparation und die Schlibbildauswertungen abgeschlossen waren, wurde die Variante dem vollen Prüfumfang unterzogen

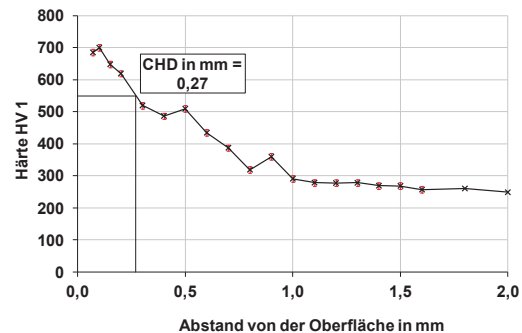
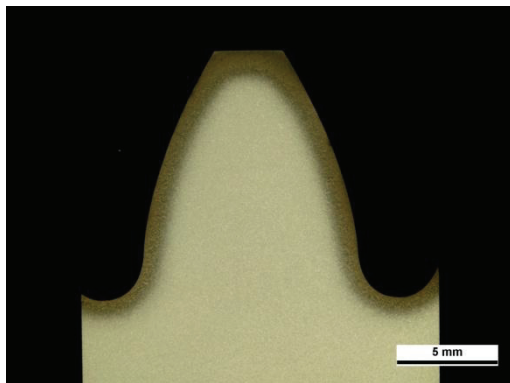


Abbildung 181: 20MoCrS4, links :Schlibbild, Opt.-20, (geätzt), rechts: Hertetiefenverlauf der 30°-Tangente

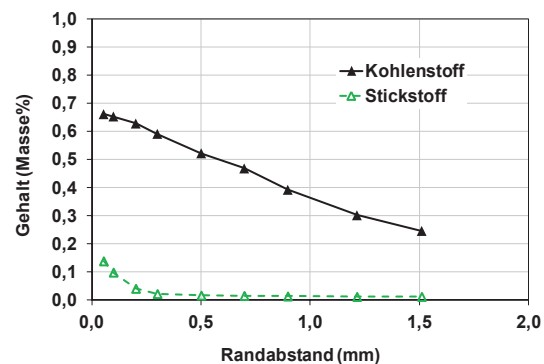
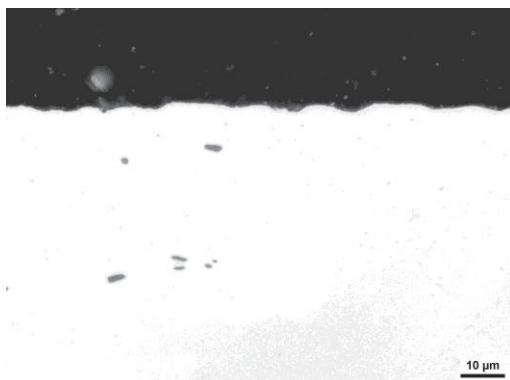


Abbildung 182: 20MoCrS4, Schlibbild, ungeätzt, Opt.-20, Mangansulfide, rechts: Elementtiefenverläufe

Die Eigenspannungen lagen am Rand bei -261 MPa und stiegen zunächst auf -371 MPa in etwa 30 µm Oberflächenabstand. Der Restaustenitgehalt betrug am Rand etwa 11,5 Vol.-% (Abbildung 183, rechts).

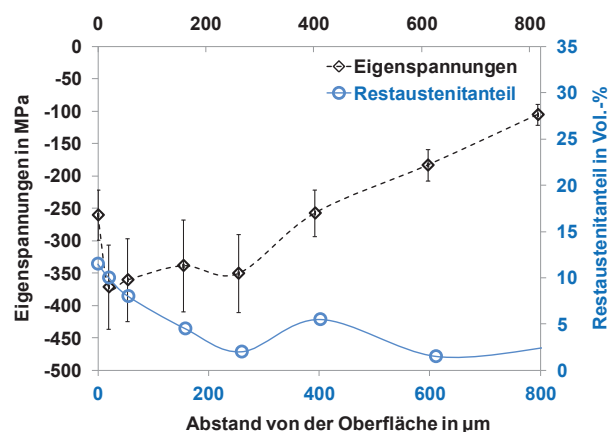
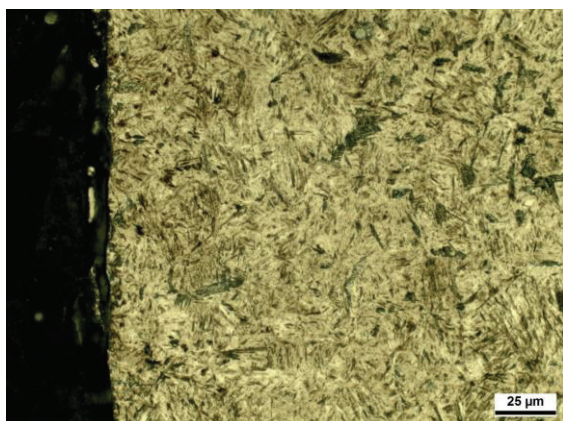


Abbildung 183: 20MoCrS4, links: Randgefüge, geätzt, Opt.-20, rechts: RA und ES Verläufe

Das an der Variante Opt.-20 erstellte Wöhlerdiagramm ist in Abbildung 184 dargestellt. Im Zeitfestigkeitsbereich lag die Bruchwahrscheinlichkeit von 50 % bei  $7,6 \cdot 10^4$  Lastzyklen. Der Übergang in die Dauerfestigkeit fand bei  $N_{D50} = 3,9 \cdot 10^5$  Lastzyklen statt.



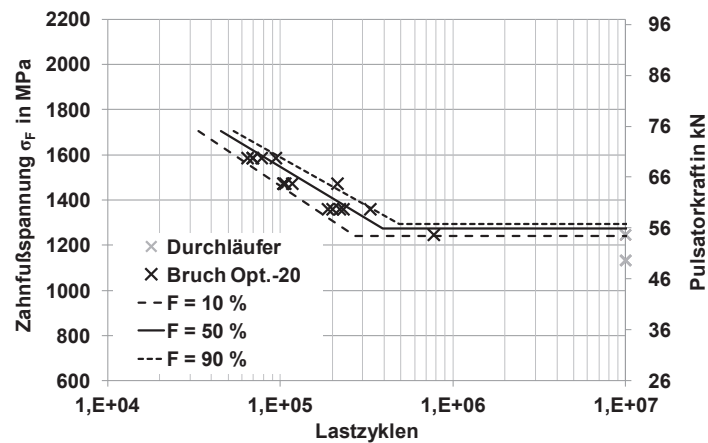


Abbildung 184: 20MoCrS4, Wöhlerdiagramm der Vergleichsvariante "Opt.-20"

## 6 Auswertung

### 6.1 Fehlerabschätzung

Alle der in dieser Arbeit gemessenen Größen sind mit einem Messfehler behaftet. In einigen Fällen wurde eine Fehlerabschätzung über Bildung des Mittelwerts einer Messreihe und deren Standardabweichung gemacht. Die Fehlerindikatoren in den entsprechenden Diagrammen betragen plus-minus einer Standardabweichung um den Mittelwert.

Die Härteprüfung und Ableitung der Tiefenverläufe erfolgte an Schliften, die später für die weitere metallographische Präparation zur Erstellung von Gefügebildern verwendet wurden. Aufgrund dessen lag eine hervorragende Oberflächenqualität vor und somit kann davon ausgegangen werden, dass die Härtewerte hohe Genauigkeiten erreichten.

Die Umlaufbiegeuntersuchungen erfolgten an Proben, die jeweils mit einem Messschieber vermessen wurden, um den für die Spannungsberechnung notwendigen Querschnitt zu ermitteln. Zusammen mit einer für eine solche Messung eher ungünstig gestalteten Probengeometrie ist aus dieser Messung der wohl größte Fehler für die tatsächlich vorliegende Biegespannung hervorgegangen. Die Umlaufbiegeproben aus den Voroxidationsuntersuchungen wurden nicht gemessen. Alle verfügbaren Messsysteme waren taktil und hätten unter Umständen die Probenoberfläche unzulässig beschädigt. Die Erfahrung aus den Messungen der nicht polierten Proben zeigte, dass die Durchmesser auf  $\pm 0,005$  mm genau aus der Fertigung kamen. Im Schleifschritt der Einspannbereiche nach der Wärmebehandlung konnte sichergestellt werden, dass die Probenmitte ohne relevante Exzentrizität bzw. in technisch nicht vermeidbarer Exzentrizität zur Rotationsachse lag. In Anbetracht der weiteren Einflüsse wie Spannfehler und leichte Prüfstandschwingung sollte mit einer Abweichung von ca. 5 Prozent zwischen den angegebenen und tatsächlichen Spannungswerten gerechnet werden.



Die Kraftmesseinrichtung wurde zuvor kalibriert und konnte über den notwendigen Messbereich mit zufriedenstellender Genauigkeit Werte ermitteln. Weil das Prüfstandsbett horizontal ausgelegt ist, musste das jeweils geprüfte Zahnrad in der Bohrung aufgenommen und gehalten werden. Dabei handelte es sich nicht um eine zentrierende Funktion. Die Halterungsachse hatte einen deutlich kleineren Durchmesser als die Bohrung. Dieser Halter war auf der Festseite des Prüfstands fixiert. Er stellte sicher, dass die Zahnräder während der Prüfung nicht aufgrund der Schwerkraft nach unten gezogen wurden und die nicht an der Prüfung beteiligten Zähne keinen Kontakt zu den Stempelmantelflächen bekamen. Eine weitere Funktion war, das Zahnrad auch nach einem Restgewaltbruch in Prüflage zu halten. Da der Prüfstand wegen der Resonanz nicht abrupt angehalten werden kann, schwingt er noch nach einem Zahnbruch weiter und hätte das unter Umständen herabfallende Zahnrad zum Geschoss machen oder an den Bruchflächen bzw. die Stempel selbst zerstören können. Der von der schwingenden Prüfstandseite aus reibungsfrei in diesen Halter auf das Zahnrad drückende Stempel führte zu einer leichten Veränderung der Mittellage der Halterachse zur Bohrungsachse des Zahnrads. Es wird jedoch nicht davon ausgegangen, dass hierdurch unzulässige Prüfbedingungen vorlagen. Alle Zahnräder wurden in ungeschliffenem Zustand nach der Wärmebehandlung geprüft. Die Aufnahme zwischen den Stempeln erfolgte daher mit der durch Verzüge veränderten geometrischen Qualität der Zahnräder und dies vermutlich auch in jeder eingespannten Zahnpaarung leicht unterschiedlich. Einer vorsichtigen Schätzung nach sollte dennoch mit einer Abweichung von 5 bis 10 Prozent zwischen den eingestellten Prüfkraften und den tatsächlich daraus im Zahnrad hervorgerufenen Spannungen gerechnet werden. Sicher überprüfen könnte man die Qualität des Prüfstands nur im Vergleich mit anderen Anlagen und gleichen Referenzzahnradern.

Zur Beurteilung aller weiteren Abweichungen sei auf das jeweils eingesetzte Messmittel verwiesen (Kapitel 4.3, ab Seite 53) und wegen der daraus technisch folgenden Genauigkeit wird hier keine weiter gehende Einschätzung vorgenommen.

## 6.2 Anlageneinfluss und Prozessgestaltung - Ableitung von Prozessführungsstrategien für ein Niederdruck-Carbonitrieren

Es steht außer Frage, dass das Niederdruck-Carbonitrieren in der Ipsen RVTC mit großen Unsicherheiten im Wärmebehandlungsergebnis erfolgte. Dies stellte sich nach den gegen Ende der Arbeiten erzielten Ergebnissen aus der ALD ModulTherm deutlich heraus. Da sich die Belegung der verwendeten ModulTherm an der Produktionsauslastung bei der Wegener Härtetechnik GmbH orientierte, sind die Ergebnisse in erster Linie punktuelle Vergleichswerte. Die sich über mehrere Chargen erstreckenden Trends wurden in der Ipsen RVTC gewonnen und zeigten eindeutig große Einflüsse der verwendeten Anlagen und auch Formierungs-

effekte der RVTC. Eine Übertragbarkeit auf andere Anlagentypen muss im Einzelfall geklärt werden.

Die in der Ipsen RVTC gewonnen Ergebnisse stehen teilweise im Widerspruch zu in der Literatur veröffentlichten Ergebnissen. Im Einzelfall wurde direkt in der Ergebnisdarstellung darauf hingewiesen. In diesem Kapitel werden neben Ableitungen von Prozessführungen auch Ursachen erläutert, die für diese Abweichungen infrage kommen.

Betreffend der Formierungseffekte in der RVTC kann man zumindest als gesichert annehmen, dass sich ein reproduzierbares Muster im Anlagenverhalten einstellte. Das jeweils erste Niederdruck-Carbonitrieren nach längerem Betrieb nur mit Stickstoff und Acetylen führte zu den jeweils höchsten erzielten Randstickstoffgehalten. Weiterhin sind die während der Ursachenermittlung ergriffenen Umbaumaßnahmen als Einflussfaktoren erkennbar (Abbildung 64, Seite 75). Die Reinigung der Einblasdüsen ist hierbei in dem festgestellten Einfluss plausibel erklärbar. Da Ammoniak thermisch weitaus instabiler ist als Acetylen, spielt es eine äußerst wichtige Rolle, ob es direkt dem Heizkammerraum zugeführt wird. Da Acetylen und Ammoniak über die gleichen Leitungen innerhalb des Ofens geführt werden, ist ein Einfluss der Einblaspunktanordnung unwahrscheinlich. Sind jedoch die Düsen durch Ablagerungen verstopft, steigt der Anteil des außerhalb der Heizkammer an (technisch bedingt vorhandenen) Undichtigkeiten entweichenden Prozessgases. Da die Entfernung der Einblaspunkte in der Heizkammer zur Bauteiloberfläche kürzer ist, als die Entfernung von Undichtigkeiten außerhalb der Heizkammer zur Bauteiloberfläche, folgt eine kürzere Verweilzeit für die Ammoniakmoleküle bis zur Adsorption bei freien Düsen. Die kürzere Verweilzeit wiederum führt zu einem höheren Anteil nicht thermisch zersetzter Ammoniakverbindungen und besserer Aufstickungswirkung. Bei dem thermisch stabileren Acetylen tritt der Effekt gar nicht oder nur in technisch nicht relevantem Maß ein, sodass verstopfte Düsen in Prozessreihen eines Niederdruck-Aufkohlens kaum abweichenden Ergebnisse liefern. Auch denkbar wäre eine "Überhitzung" der Ammoniak führenden Leitungen. Hier bestünde dasselbe Problem, wie bei Undichtigkeiten und zu langen Weglängen bis zur Bauteiloberfläche. Das Ammoniak würde in zu heißen Leitungen ebenfalls zerfallen, bevor es adsorbiert werden kann. Das Acetylen hingegen bleibt aufgrund der höheren thermischen Stabilität aufkohlungswirksam. Dieser Ansatzpunkt sollte sich aber ohne einen Umbau, durch Platzierung von Thermoelementen an den entsprechenden Leitungen, klären lassen.

Der Unterschied der Kohlenstoff- und Stickstoffrandgehalte zwischen Prozessen, die vor und nach dem Austausch von für den Chagentransport notwendigen keramischen Förderrollen auftrat, ist schwieriger zu klären. Im Lieferzustand der RVTC wurden für diese Förderrollen plasmagespritzte Aluminiumoxid-Keramiken eingesetzt. Mit Einführung des Niederdruck-Carbonitrierens in der RVTC traten gehäuft Brüche dieser funktionsentscheidenden Bauteile auf. Im Laufe der Untersuchungen wurden diese Rollen durch eine Aluminiumoxidfaser ver-

stärkte Aluminiumoxidkeramik ersetzt (Handelsname Whipox®). Seitdem konnten keine Rollenbrüche mehr verzeichnet werden. Beide Rollentypen bestehen aus dem Grundmaterial Aluminiumoxid. Aus dem Herstellungsverfahren folgte für die Rollen alter Bauart im Vergleich zur neuen eine hohe Porosität und damit insgesamt größere Oberfläche. In Zusammenhang mit den erst nach der Einführung von Carbonitrierprozessen (und somit in den Ofen eingeleiteten Ammoniak) auftretenden Rollenbrüchen und den nach Rollenwechsel von plasmagespritzt auf Whipox höheren Randstickstoffgehalten, kann auf eine Wechselwirkung zwischen Aluminiumoxid und Ammoniak geschlossen werden. Verschiedene Quellen legen dies nahe, wenn auch in anderen Temperaturbereichen [Gál08]. Aus Sicherheitsgründen blieben zunächst 2 Rollen der alten Bauart im Ofen. Bei vollständigem Tausch gegen Rollen aus Whipox wäre wohl von einem noch stärker auftretenden Effekt auszugehen. Die ModulTherm der Wegener Härtetechnik GmbH hat direkt in der Heizkammer bauartbedingt keine Bauteile aus Aluminiumoxid (aber zusätzliche Isolierung auf der Außenseite). Dies erklärt womöglich einen Teil der Anlagenunterschiede. Dennoch verblieb eine Differenz zwischen den generell niedrigen Randstickstoffgehalten, die in der RVTC auch nach diesen Umbaumaßnahmen erzielt wurden im Vergleich zur ModulTherm. Einen Ansatzpunkt für eine Erklärung könnte aus dem Prozess hervorgegangen sein, der in Charge 1186 der Folge IV den generellen Trend zu niedrigeren Randstickstoffgehalten bei wiederholtem Prozess unterbrach (Abbildung 64, Seite 75). Zusätzlich zu standardmäßig enthaltenem Ballastmaterial aus unterschiedlichen Stählen und den später analysierten Proben aus 20MnCr5 wurden dieser Charge mehrere Platten aus CFC beigelegt. Wie schon in der Ergebnisdarstellung dieser Untersuchungen in Kapitel 5.1 angedeutet, wurde hierdurch kein zusätzlicher Werkstoff in den Ofen eingebracht, der nicht ohnehin bereits verbaut ist. Was derzeit vermutet wird, ist ein Einfluss des in den Platten aus der Luftfeuchte gebundenen Wassers bzw. vielmehr des Sauerstoffs hieraus. Man beobachtete in der RVTC also einen Trocknungsprozess der Anlage bzw. eine fortschreitende Abfuhr von Sauerstoff aus der Ofenatmosphäre. Wie der Stoffumsatz mit Hilfe von Sauerstoff bei der Zugabe von  $\text{NH}_3$  im Niederdruck verändert wird, wurde nicht geklärt. Dass es Einflüsse gibt, kann allerdings aufgrund der Erfahrungen aus den Oxinitrierprozessen oder auch dem Aktivieren von Oberflächen durch eine Voroxidation in Gasnitrierprozessen als bewiesen angesehen werden.

Mit den ersten Überlegungen zur Prozessgestaltung wurde über die technischen Gase diskutiert, die als Stickstoff und Kohlenstofflieferant infrage kamen. Wegen der dokumentiert guten Ergebnisse von Acetylen als Kohlenstoffspender und der Verfügbarkeit von Ammoniak in vielen Härtereien, fiel die Entscheidung zugunsten dieser Gase. Mit besonderem Augenmerk ist die Aufkohlungswirkung einer nur mit Ammoniak versorgten Charge zu betrachten und dies aus zwei Gründen:

Der erste Grund war, eine mögliche Bildung von HCN durch die Trennung der Prozessseg-

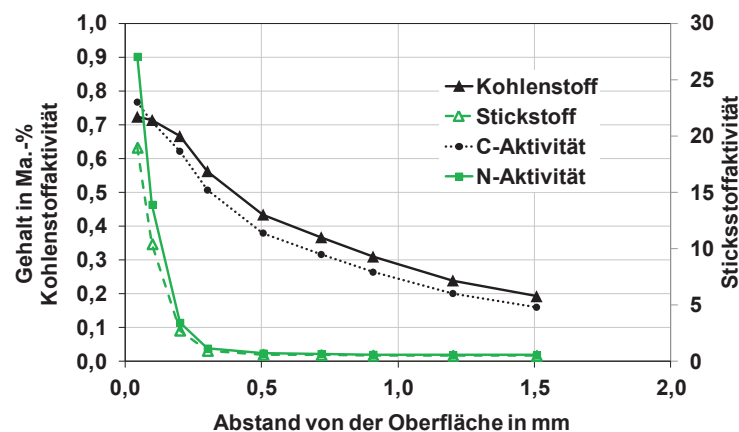
mente, in denen Kohlenstoff und Ammoniak im Ofenraum sind, direkt ausschließen zu können. Da aber Ammoniak offensichtlich mit im Ofenraum vorhandenem, aus anderen Prozessen abgelagertem Kohlenstoff reagiert, diesen aufnimmt und dann zusätzlich zur Aufstickung eine Aufkohlung einsetzt, werden diese Überlegungen obsolet.

Der zweite Grund zeigte sich in Versuchen zur Simulation der Chargengleichmäßigkeit eine weniger zufriedenstellende Verteilung von Randkohlenstoffgehalten bei Prozessen, denen im direkten Wechsel zunächst in Aufkohlungspulsen nur  $C_2H_2$  zugegeben wurde und in den eigentlich für die Diffusion genutzten Prozesssegmenten Ammoniak. Es ist bekannt, dass sich Kohlenstoff auch bei einem Niederdruck-Aufkohlen in Form von Ruß in der Anlage ablagern kann. Dafür kommen durch Temperaturungleichmäßigkeiten und strömungsbedingt bevorzugte Oberflächen infrage. Es wäre also schon während der Aufkohlungspulse ein Potential für eine spätere Aufkohlungsungleichmäßigkeit gegeben, da der von dem später zugegebenen Ammoniak aufgenommene Kohlenstoff nur lokal verfügbar wäre. Folglich ist wahrscheinlich, dass die nächste verfügbare Senke diesen Kohlenstoff wieder aufnimmt und damit eine zusätzliche Aufkohlung in Segmenten mit Ammoniakzugabe verstärkt in direkter Umgebung der Ablagerungsorte des Kohlenstoffs stattfand. Aus prozesstechnischer Sicht ein in dieser Form nicht vermeidbarer Effekt. Zumindest, solange man auf die segmentweise Trennung zwischen Kohlenstoff und Stickstoff spendenden Gasen setzt. Da sich aber, wie zuvor erwähnt, trotz dieser Trennung eine Aufnahme von Kohlenstoff in das später zugegebene Ammoniak einstellt, und damit eine Bildung von HCN immer möglich ist, sollten weitere Überlegungen zum Einsatz von Gasen angestellt werden, die beide Stoffe zugleich liefern. Denkbar wäre neben der kombinierten Zugabe von  $C_2H_2$  und  $NH_3$  auch die Gruppe der Amine, wie auch in der Veröffentlichung von Koch et. al. [\[Koc15\]](#).

Die Versuche zur Carbidbildung während der Aufkohlung zeigten an, dass sich durch die Anpassung der Kohlungspulsdauern in den Umlaufbiegeuntersuchungen höhere Lebensdauern erreichen ließen. Im Kapitel 5.1 wurde mit Hilfe von variierten Chargenflächen und Pulsdauern gezeigt, dass sich in ungünstigen Kombinationen von Oberfläche und Pulslänge größere Ungleichmäßigkeiten in der Aufkohlung ergaben. Hierbei wurde Acetylen bei gleicher Begasungsrate von 800 l/h zugegeben. Es zeigte sich, dass mit Pulsängen von 0,25 Minuten bei 0,5 m<sup>2</sup> Chargenfläche ein Randkohlenstoffgehalt von 0,58 Ma.-% ± 0,3 Ma.-% erreicht wurde. Bei gleichem Prozess und 1,5 m<sup>2</sup> Chargenfläche wurden jedoch nur maximal 0,5 Ma.-% und minimal 0,32 Ma.-% Randkohlenstoffgehalt erreicht. Erst bei Pulsängen von 0,75 Minuten konnte kein technisch relevanter Unterschied zwischen den Randgehalten bei 0,5 m<sup>2</sup> bis 1,5 m<sup>2</sup> Chargenfläche mehr festgestellt werden. Das Auftreten dieser Abweichung wurde erwartet und sollte innerhalb dieser Arbeit, besonders in Hinblick der prozessentscheidenden Parameter für die Carbidbildung, genauer erfasst werden. Für die Ableitung späterer Niederdruck-Carbonitrierprozesse, die eine Optimierung in Hinsicht auf die Carbid-

bildung während der Aufkohlungspulse anstreben, muss also eine ausreichende Kohlenstoffverfügbarkeit der Atmosphäre sichergestellt werden. Dies ist entweder über die Verringerung der Chargenfläche machbar, führt aber zu unerwünschter Verringerung der Ofenauslastung oder die Begasungsrate wird erhöht. Ein weiterer limitierender Faktor sind dabei die Massenflussregler, die an der jeweiligen Anlage verbaut sind. Es sollte sichergestellt sein, dass diese innerhalb der angestrebten Pulsdauern zuverlässig ausreichende Durchflussmengen und Regelgenauigkeit erreichen.

Es bietet sich generell an, den Prozessdruck während eines Niederdruck-Carbonitrierens nicht weiter zu verringern, als unbedingt nötig. Die Untersuchungen zu Auswirkungen von durch Stickstoff gesteigerten Prozessdrücken zeigten dies in den anschließenden Umlaufbiegeuntersuchungen. Die hierdurch verringerte Manganeffusion wurde als hauptsächliche Ursache ausgemacht. Da die meisten Anlagen hierzu technisch ohne weitere Umbaumaßnahmen bereits qualifiziert sind, wird die prinzipielle Zugabe von Stickstoff in entsprechenden Prozesssegmenten empfohlen. Die verwendeten Anlagen limitierten hierbei in Hinsicht auf die maximal programmierbare Anzahl von Prozesssegmenten und auch in den Pumpenleistungen, die für die Dauer zwischen den Prozessgaswechseln entscheidend waren.



**Abbildung 185: 18CrNiMo7-6, Stoffaktivitäten im Austenit bei Härtetemperatur von 840 °C der Variante Opt.-18 (C-Aktivität  $a_{C,Gr.}^{\gamma}$ , N-Aktivität  $a_{N,N_2}^{\gamma}$ )**

Abbildung 185 zeigt die nach Glg. 3-9 berechneten Aktivitäten von Kohlen- und Stickstoff, wie sie bei Härtetemperatur in der Variante Opt.-18 auf 840 °C vorlagen. Es ist deutlich zu erkennen, dass mit einer Ausscheidung von Graphit nicht zu rechnen war, da  $a_{C,Gr.}^{\gamma} < 1$ . Noch fehlt die Datenbasis, dies auch für Mischcarbide mit den enthaltenen Legierungselementen zu berechnen. Der Stickstoff würde unter den vorliegenden Bedingungen ohne Ammoniakatmosphäre effundieren. Nach derzeitigem Stand wäre ein optimiertes Niederdruck-Aufkohlen ein Niederdruck-Carbonitrieren mit angepassten Segmentdauern in Hinblick auf eine Carbidbildung sowie der Vermeidung einer Elementeffusion. Eine Voroxidation hatte den Ergebnissen nach ebenfalls eine lebensdauersteigernde Wirkung. Erklärungsansätze dazu befinden sich in Kapitel 6.4 ab Seite 142.



## 6.3 Ableitung der Wärmebehandlungsvarianten für die Umlaufbiegung

### 6.3.1 Einfluss einer Voroxidation auf thermisches Ätzen

Die Ergebnisse des 18CrNiMo7-6 zeigten keine eindeutige Tendenz dahingehend, dass die unregelmäßigen Voroxidationen in einem Luftumwälzofen einen Einfluss auf die Ausprägung

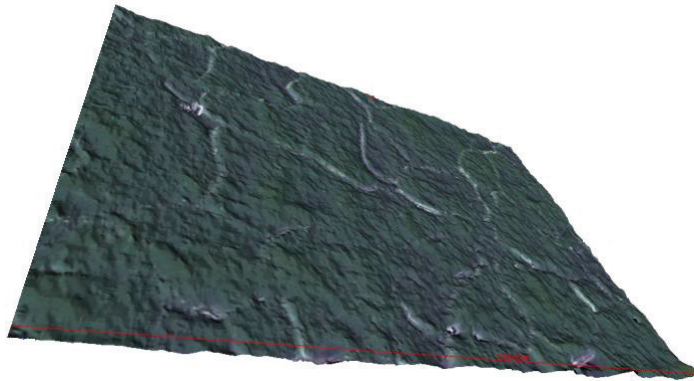


Abbildung 186: Topografie einer Probenoberfläche nach Analyse mit REM und MeX-Software nach [Fra12]

des thermischen Ätzens hatten. Sowohl die REM-Aufnahmen, als auch die mit Hilfe der Zusatzsoftware MeX analysierten Oberflächen unterscheiden sich kaum. Der beste Oberflächenwert, der sich bei Voroxidation mit 550 °C für 15 min. mit  $S_v = 1,9 \mu\text{m}$  ergab, liegt ca. 20 % unter dem Wert ohne Voroxidation (Tabelle 5-2, Seite 84). Es ist festzustellen, dass in

allen Fällen die geringste Oxidationsdauer den jeweils geringsten Rauigkeitswert  $S_v$  in der jeweiligen Temperaturstufe ergab. Dies ist beim gemittelten Rauigkeitswert  $S_a$  nicht der Fall. Diese Tendenzen sind am 20CrMo4 nicht festzustellen (Tabelle 5-3, Seite 99). Allerdings ist hier ein deutlicher Unterschied in den REM-Aufnahmen von Voroxidationen bei 550 °C zu den anderen Temperaturstufen erkennbar (Abbildung 152 bis Abbildung 154). Diese schlagen

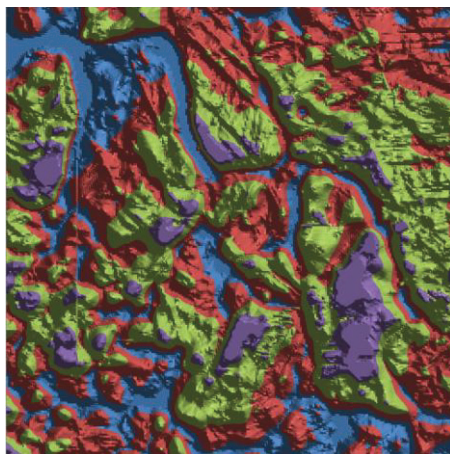


Abbildung 187: AFM-Aufnahme einer voroxidierten NDAK Probe

jedoch nicht in den gemessenen Oberflächenkennwerten nieder. Messtechnisch betrachtet ist die Oberfläche der Variante 550 °C - 15 min., analog zum 18CrNiMo7-6, die mit der geringsten Rauigkeit.

Ein Phänomen der Auswertung mit der zusätzlichen Software zeigte sich jeweils an den vermutlichen Korngrenzen der untersuchten Oberflächen. Diese werden in den topographisch dargestellten Abbildungen häufig weiß eingefärbt und sind somit nicht in der Farbskala des Höhen-/Rauheitsprofils angegeben (Abbildung 186). Sie sind teilweise an den Kanten so

steil, dass sich dort keine Auswertung der Bilder durchführen ließ. Die Korngrenzen wurden also einwandfrei erkannt, konnten allerdings nicht mit einem festen Messwert angegeben werden. Auf eine Herstellung von voroxidierten Umlaufbiegeproben wurde aus diesem Grund zunächst verzichtet, da kein gesicherter Einfluss einer Voroxidation nachgewiesen werden konnte. Mit Fortschreiten der weiteren Untersuchungen

wurde zu Testzwecken eine Messung mit einem AFM an einer bereits vorliegenden Probe durchgeführt, die ähnliche Phänomene aufweist (Abbildung 187). Sehr hohe Profilanteile werden ebenso wie tiefe als Flächen dargestellt. Erst nach Abschluss des eigentlichen Versuchsteils konnte mit einem WLI Messungen durchgeführt werden, die offenbar ein vollständiges Erfassen der Oberflächen ermöglichten. Es wurde aufgrund dessen entschieden, eine weitere Versuchsreihe mit einer geregelten Voroxidation angelehnt an die vorigen Ergebnisse durchzuführen. Die in Kapitel 5.2.3 auf Seite 83 und 5.4.1 auf Seite 100 vorgestellten Messergebnisse nach neuer Vorgehensweise lassen den Schluss zu, dass es einen eindeutigen Einfluss einer Voroxidation auf die Probenoberfläche gab. Hierbei unterschieden sich die Werkstoffe jedoch voneinander. Die Ursache für die abweichende Oberflächenqualität nach einer Voroxidation und Niederdruck-Aufkohlen wird die unterschiedliche Legierungszusammensetzung und somit unterschiedliches Oxidationsverhalten gewesen sein (siehe Kapitel 3.4, Seite 33).

Zu diesem Zeitpunkt war strittig, welcher der schließlich zur Charakterisierung der Oberfläche ausgewählten Parameter einen Einfluss auf eine mögliche Lebensdaueränderung haben würde. In Anbetracht der in Form einer Randoxidation erscheinenden Randschichtveränderungen war fraglich, ob positive Resultate eintreten könnten. Da die Atmosphäre während des Niederdruck-Aufkohlens reduzierenden Charakter hat müsste sich bei längeren Prozessen eine Oxidationserscheinung abbauen. Eine Wirksamkeit einer Voroxidation auch bei längeren Prozessen wäre in der Praxis aber relevanter. Um den mit den Umlaufbiegeproben den Festigkeitseigenschaften gerecht zu werden, die durch den Prüfstand vorgegeben wurden, aber dennoch einen praxisgerecht andauernden Prozess fahren zu können, wurde der eigentlichen Aufkohlung ein Haltesegment vorgeschaltet, welches auf der späteren Kohlungstemperatur so lange andauerte, dass die Gesamtprozesslänge für eine Aufkohlung auf 1,0 mm ausreichen würde. Die Voroxidation selbst konnte nur als Stichprobe gelten und die Umlaufbiegeuntersuchungen nur am noch in ausreichender Probenzahl verfügbaren 18CrNiMo7-6 durchgeführt werden. Die Wärmebehandlung der Umlaufbiegeproben in der Variante VOX ist in Kapitel 4.5.6.5 auf Seite 64 angegeben.

### 6.3.2 Voroxidation und Manganeffusion

Die Manganeffusion konnte an beiden Werkstoffen nicht durch eine Voroxidation verringert werden. Bei der Anwendung am 20CrMo4 kam es sogar zu einer verstärkten Effusion von Mangan (Abbildung 188). Zunächst ist davon auszugehen, dass die während der Voroxidation gebildete Schicht in der Niederdruckwärmebehandlung nicht beständig genug war, um über den gesamten Prozess wirksam zu sein. Die Schliffbilder (in Abbildung 91 Seite 86) zeigen die aufgewachsene Oxidschicht deutlich, während nach einem folgenden Niederdruck-

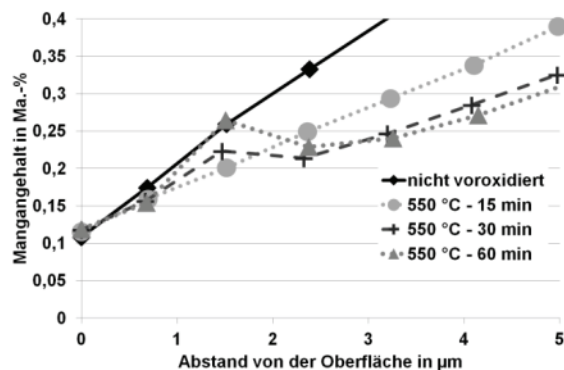


Abbildung 188: 20CrMo4, Direkter Randbereich nach VO und NDAK

Aufkohlen keine solche Schicht mehr vorhanden ist. Durch das Acetylen und dessen Zerfallsreaktionen in der Ofenatmosphäre wirkt der vorhandene Wasserstoff zusätzlich reduzierend auf vorher vorhandene Oxide. Messungen mit Wasserstoffsonden in einer technisch vergleichbaren Anlage ergaben Sondenspannungen um 1150 mV bei Zugabe eines Wasserstoff-Stickstoffgasgemischs mit einem Wasserstoffanteil, der bei einem Niederdruck-

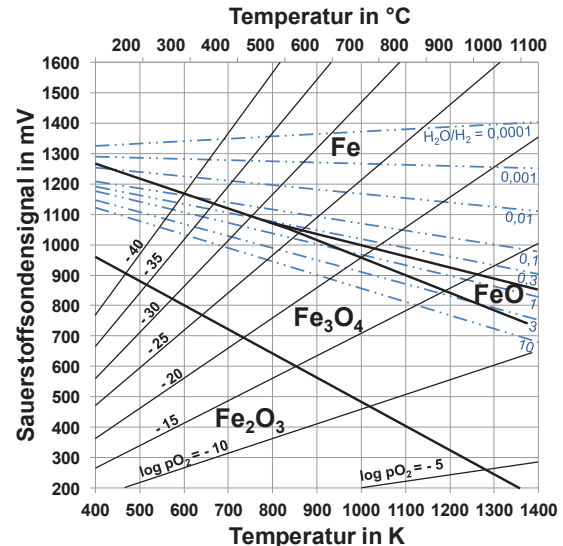
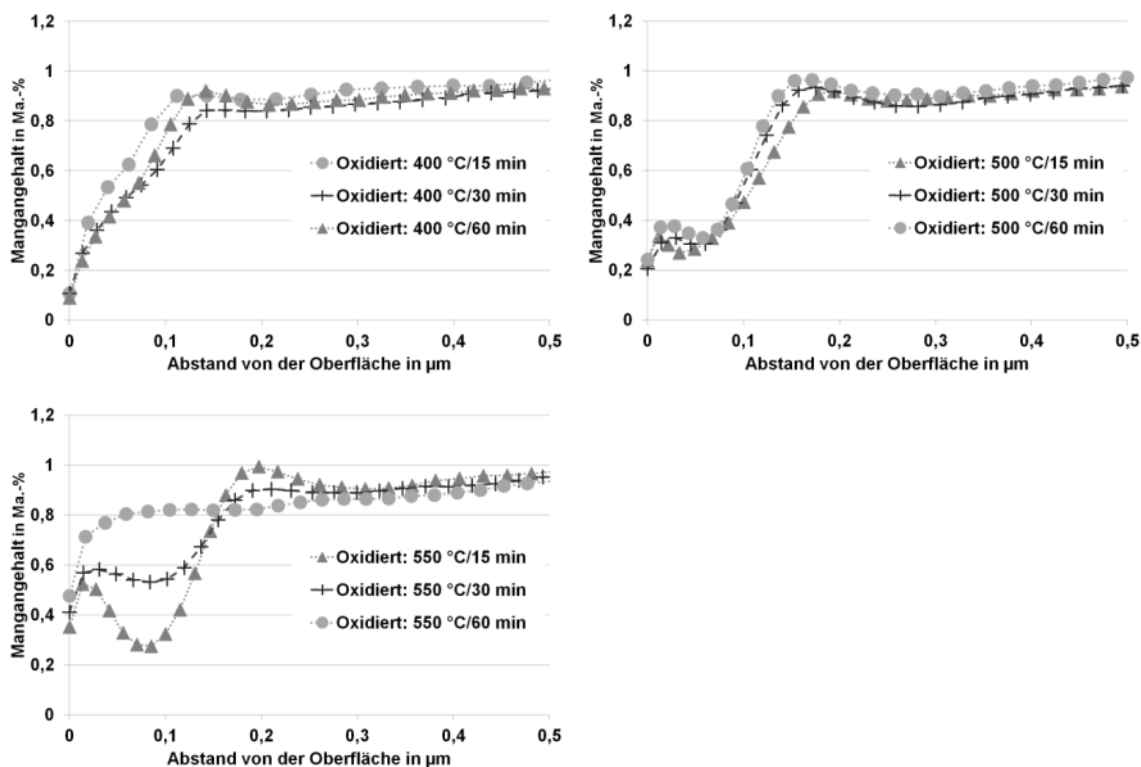


Abbildung 189: Thermodynamische Grundlagen der Eisenoxidation [Wei98]

Abbildung 189 zeigt die Zustandsfelder von verschiedenen Eisenoxiden in Abhängigkeit von Temperatur und Sondenspannung bzw. Sauerstoffpartialdruck. Wie sich aus dieser Abbildung entnehmen lässt, ist ab einem Sondensignal von ca. 950 mV bei den hier angewendeten Aufkohlungstemperaturen von 940 °C mit einer Reduktion der Eisenoxide zu rechnen. Der direkte Randbereich von nur voroxidierten Proben wurde mit einer sehr aufwendigen GD-OES Messung analysiert (Abbildung 190). Die ermittelten Verläufe geben einen Hinweis

darauf, dass sich die Zusammensetzung der Oxidschicht leicht mit der Temperatur und der Haltedauer ändert. Zusätzlich lässt sich aus den Diagrammen entnehmen, dass Mangan erst bei 550 °C und mehr als 30 min. Haltedauer in größerem Umfang in der aufgewachsenen Oxidschicht selbst vorhanden war. Weitere Legierungselemente wurden aufgrund des Augenmerks auf die Manganeffusion nicht mit Messungen bestimmt. Es ist jedoch davon auszugehen, dass auch hiermit zeit- und temperaturabhängig anders zusammengesetzte Oxidschichten entstehen. Abgesehen vom Abbau der aufgewachsenen Oxidschicht nach zusätzlichem Niederdruck-Aufkohlen zeigten die Proben eine an Randoxidation erinnernde Randbereichveränderung (Abbildung 91). Diese bildet sich nicht während der eigentlichen Voroxidation. Die ungeätzten Schliffbilder zeigen zunächst eine während der Voroxidation aufgewachsene Oxidschicht (gräulich, oberhalb des Grundmaterials). Der geätzte Schliff zeigt ein durch die hohen Temperaturen verändertes Anlassgefüge, aber keine "inneren"



**Abbildung 190: 20CrMo4, GD-OES der Oxidschicht**

Oxide (die gräulich erscheinende Oxidschicht liegt nach wie vor darüber vor). Erst nach einem nachgeschalteten Niederdruck-Aufkohlen zeigt die Randschicht einen Zustand, der an eine leichte Randoxidation eines Gasaufkohlungsprozesses erinnert. Die Ursache ist offenbar, dass die gefahrenen Niederdruck-Prozesse nicht von Beginn an unter einer reduzierenden Atmosphäre stattfinden. Die Proben wurden zunächst unter Vakuum erwärmt und erst dann begann der eigentliche Aufkohlungsabschnitt. In dieser Zeit steht der in der Oxidschicht abgebundene Sauerstoff bei nun viel höheren Temperaturen als während der Voroxidation für andere Reaktionen zur Verfügung. Zusätzlich zu der Temperatursteigerung erhöhen sich die Diffusionskoeffizienten, wodurch die Bildung von Oxiden innerhalb der Randschicht mög-

lich wird. Es ist widersprüchlich, dass auf der einen Seite dem Niederdruck-Aufkohlen der Vorteil des Ausbleibens einer Randoxidation zugeschrieben wird, auf der anderen Seite aber absichtlich oxidierte Proben trotz einer Randoxidationserscheinung (hervorgerufen durch eine vorgeschaltete Oxidation) höhere Lebensdauern erreichen. Hierbei bleibt aber unberücksichtigt, dass neben den nun durch die Voroxidation vorhandenen inneren Oxide eine Veränderung der Oberflächenqualität eintritt. Zwei Effekte sind also denkbar. Erstens eine Festigkeitssteigerung der Randschicht in Form einer Ausscheidungsverfestigung durch fein verteilte Oxide. Diese müssten durch ergänzende Untersuchungen recht einfach nachweisen lassen. Oder zweitens durch ein infolge der Oberflächenveränderung derart verbessertes Anrissverhalten, dass selbst Randoxidationserscheinungen, die gemeinhin als festigkeitsmindernd eingestuft werden, kompensiert werden können. In diesem Falle wäre es interessant, ob eine ähnliche Oberflächenveränderung unter einer Voroxidation ohne eine Randoxidationserscheinung möglich wäre. Dies bleibt weiteren Untersuchungen vorbehalten.

### 6.3.3 Stickstoffpartialdrücke und Manganeffusion

Die Ergebnisse, welche mit Hilfe einer Niederdruckwärmebehandlung in der Thermowaage gewonnen wurden, zeigten eine starke Streuung. Allerdings war eine generelle Tendenz zu leicht verringerter Manganeffusion bei erhöhten Stickstoffpartialdrücken während der Diffusionssegmente erkennbar. Der hauptsächliche technische Unterschied besteht hier vor allem darin, dass die Thermowaage für jeden Probenwechsel geöffnet werden musste und das Vakuum generell nur 0,1 mbar erreichte. Die industrielle Wärmebehandlungsanlage liegt hier um eine Größenordnung tiefer. Daher kann durch die bisherige Annahme, dass der niedrige Dampfdruck für die Manganeffusion ursächlich ist, erhärtet werden.

Für die Wärmebehandlung kann also generell empfohlen werden, die Diffusionssegmente eines Niederdruck-Aufkohlens unter der Zugabe von Stickstoff auf einem möglichst hohen Absolutdruck durchzuführen. Dieser Druck wird üblicherweise durch die Zeit begrenzt, die die Anlage bis zum nächsten Aufkohlungssegment bei gepulster Prozessführung benötigt, um wieder in die Freigabebereiche für die Acetylenzugabe zu gelangen.

Die Stofftiefenverläufe aus Abbildung 141 zeigen vor allem im direkten Randbereich kaum Unterschiede im Mangangehalt. Dies ist auf die notwendige Evakuierung der Heizkammer zurückzuführen. In dieser Zeit scheint die Manganeffusion offenbar ausreichend, um diese geringen Werte zu verursachen. Insgesamt zeigte sich, dass die Anwendung von Stickstoffpartialdrücken eine geringere Manganeffusion in der Randschicht erzeugte.

### 6.3.4 Carbidbildung und Carbidwiederauflösung

Das Niederdruck-Aufkohlen erzeugt durch die hohe Kohlenstoffaktivität zwangsläufig nach einer bestimmten Aufkohlungsdauer mit ausreichender Acetylenversorgung Carbide in der Randschicht des aufgekohlten Werkstoffs [\[Alt02\]](#). Die durchgeführten Versuche in der



Thermowaage zeigten, dass sich im 18CrNiMo7-6 schon nach ca. 45 s Aufkohlung erste Carbide in der Randschicht nachweisen lassen (Abbildung 57). Nach einer Reduktion der Aufkohlungsdauer waren unter dem Lichtmikroskop keine Carbide mehr nachweisbar. Jedoch war in den meisten Fällen eine dunkle Belegung der Korngrenzen erkennbar. Diese sind aufgrund der hohen Fehlstellendichte ein bevorzugter Diffusionsweg und daher vermutlich mit Kohlenstoff und anderen Legierungselementen angereichert. Bereits nach kurzer Diffusion war diese Belegung nicht mehr nachzuweisen (Abbildung 51 ff.).

Ein Prozess, in dem die Aufkohlungssegmente nur 0,5 min dauerten, zeigte, an unterschiedlichen Aufkohlungs- und Diffusionssegmenten des Gesamtprozesses abgebrochen, keine Carbide in der Randschicht (Abbildung 58 bis Abbildung 61 für 18CrNiMo7 6 und Abbildung 135 bis Abbildung 138 für 20CrMo4). Auch der 20CrMo4 konnte auf diese Weise carbidfrei aufgekocht werden. Aufgrund der leicht verzögerten Abschreckung nach den Aufkohlungssegmenten kann allerdings nicht vollständig ausgeschlossen werden, dass es zur Bildung sehr kleiner Carbide kommt. Diese lösen sich während der Schaltung in einen sicheren Status der Thermowaage und demnach einer Diffusion von ca. 30 s auf.

Ergebnisse eines weiteren Prozesses ((940°C)..15.60..10.90..(840°C)20.20), der die Stabilität der absichtlich gebildeten Carbide durch lange Aufkohlungssegmente untersuchen sollte, sind in Abbildung 98 und Abbildung 99 dargestellt. Die anschließende Präparation von Schliffbildern und Sonderätzungen zeigte keine lichtmikroskopisch nachweisbaren Carbide. Allerdings lag hier eine At von nur 0,82 mm vor. Die hauptsächliche Ursache der geringen At ist die innerhalb der Niederdruck-Aufkohlungssimulation noch nicht vollständig berücksichtigte Sättigung der Randschicht mit Kohlenstoff bei hoher Carbidanzahl. Das erhaltene Einsatzhärtungsprofil zeigt ein ausgeprägtes Plateau, wie es üblicherweise von Gasaufkohlungsprozessen bekannt ist. Es entsteht, wenn dort mit einem hohen C-Pegel der Kohlenstoffgehalt im Rand sehr schnell zu Prozessbeginn angehoben wird und man sich nahe bzw. leicht über der Carbidbildungsgrenze befindet, um anschließend auf einen dem gewünschten Randkohlenstoff entsprechenden C-Pegel abzusenken [AWT97]. Dieses Plateau ist technisch gewünscht, da es relativ konstante Randschichteigenschaften bis in einen gewissen Randabstand ergibt (Härte, Festigkeit, Zähigkeit). Ein Niederdruck-Aufkohlen ist unter den eigentlichen Einsatzbedingungen nicht in der Lage, eine solche Randschicht einzustellen. Bisher ging man davon aus, dass Carbide schnell so stabil sind, dass sie in anschließenden Diffusionssegmenten nicht mehr aufgelöst werden können. Dies ist zumindest beim 20CrMo4 nicht der Fall, wie es die vorliegenden Untersuchungen gezeigt haben.

Die Anwendung der sehr kurzen Aufkohlungssegmente führte in Vorversuchen zu teilweise scheinbar unterversorgten Chargen in der Aufkohlung. In Einzelfällen wurden die angestrebten Randkohlenstoffgehalte und Einsatzhärtungstiefen nicht erreicht. Der Prozessablauf in einer industriellen Wärmebehandlung ist schon wegen der großen Ofenvolumen träger, als

die experimentell ausgelegte Thermowaage. Es ist also im Einzelfall zu untersuchen, unter welchen Bedingungen eine industrielle Anlage einen schnellen Wechsel zwischen Aufkohlungs- und Diffusionssegment durchführen kann und noch eine ordentliche Chargengleichmäßigkeit erreicht wird.

## 6.4 Auswertung der Umlaufbiegung und Ableitung der Zahnradvarianten

### 6.4.1 20CrMo4

Im Falle des 20CrMo4 (Tabelle 6-1) erreichte die Variante MEV die höchste Bruchlastspielzahl, die aber mit der Variante CBV vergleichbar ist. Gegenüber SP wurde eine doppelt so hohe Bruchlastspielzahl erreicht. Die Variante KCN liegt zwischen SP und MEV sowie CBV (Abbildung 191 und 192).

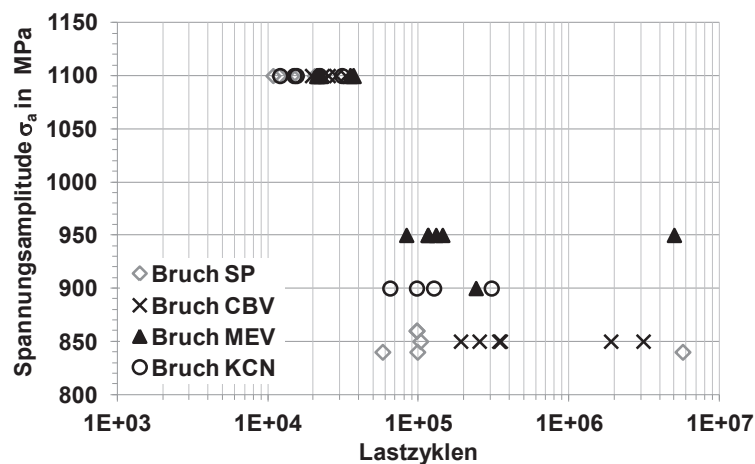


Abbildung 191: Wöhlerdiagramm - Zusammenfassung der gebrochenen Proben 20CrMo4

Die Lasthorizonte, welche zu Lastzyklen zwischen  $10^5$  und  $10^6$  führen sollten, zeigten MEV als eindeutig überlegene Variante an. Der Lasthorizont 900 MPa lieferte bei 4 getesteten Proben nur einen Bruch bei  $2,4 \cdot 10^5$  Lz. Bei der Variante KCN, als zweitbeste, brachen 4 von 5 Proben auf diesem Lasthorizont. Somit steht eine Bruchwahrscheinlichkeit von  $P_B(\text{KCN}, 900 \text{ MPa}) = 80 \%$  einer Bruchwahrscheinlichkeit  $P_B(\text{MEV}, 900 \text{ MPa}) = 25 \%$  gegenüber. Auch bei 1100 MPa, innerhalb der Kurzzeitfestigkeit, war eine Verringerung der Manganeffusion die effektivste Optimierungsmaßnahme am 20CrMo4. Die aus den Brüchen berechneten Weibullverteilungen für 1100 MPa weisen diese Variante noch leicht besser aus, als ein Prozess ohne Carbidbildung (Abbildung 192).

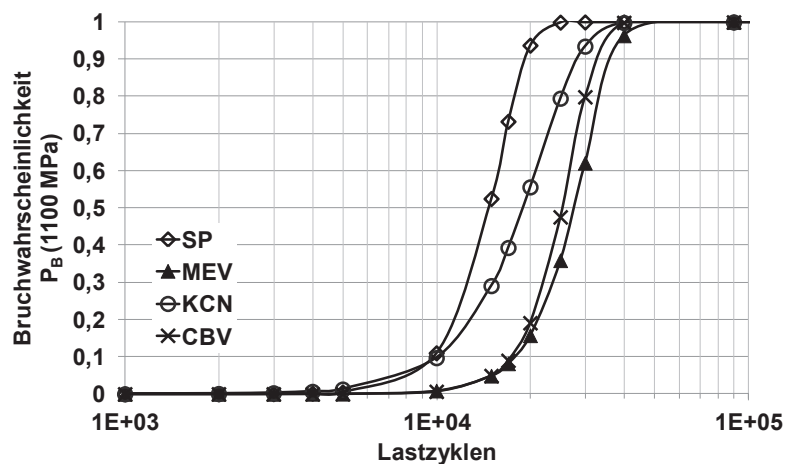


Abbildung 192: 20CrMo4, berechnete Weibullverteilungen für 1100 MPa

Der Standardprozess (SP) wurde mit 4 Proben bei 840 MPa belegt. Hier stellten sich sehr frühe Brüche aber auch Durchläufer ein. Die REM-Aufnahmen ergaben in allen Fällen Oberflächenarisse. Die rechnerische Bruchwahrscheinlichkeit ergibt sich für  $P_B(\text{SP}, 840 \text{ MPa}) = 75 \%$  womit diese Variante betragsmäßig mit  $P_B(\text{CBV}, 850 \text{ MPa}) = 75 \%$  vergleichbar ist. Allerdings weist die Variante CBV im Vergleich zur Variante SP höhere Lastspielzahlen bei geringerer Streuung auf.

Tabelle 6-1: 20CrMo4, Übersicht der ermittelten Parameter der Weibullverteilungen

| 20CrMo4      |         |           |           |           |         |
|--------------|---------|-----------|-----------|-----------|---------|
| Parameter    | Einheit | SP        | CBV       | KCN       | MEV     |
| $N_{63}$     | -       | 15'997    | 27'289    | 21'433    | 30'208  |
| m            | -       | 4,57      | 4,99      | 2,99      | 4,28    |
| Lasthorizont | MPa     | 1'100     | 1'100     | 1'100     | 1'100   |
|              |         |           |           |           |         |
| $N_{63}$     | -       | 1'379'438 | 3'725'453 | 3'306'287 | 485'970 |
| m            | -       | 0,41      | 0,53      | 0,36      | 0,57    |
| $P_B$        | %       | 75        | 75        | 80        | 100     |
| Lasthorizont | MPa     | 840       | 850       | 900       | 950     |

Die Unterschiede der metallographischen und geätzten Schliffe zwischen den Varianten sind nur gering. Die Variante MEV weist zwar eine geringere Manganeffusion auf, die optischen Randschichtunterschiede sind aber kaum auszumachen (Abbildung 193, Abbildung 194), die Randhärten sind mit 708 HV 1 (MEV) und 724 HV 1 (SP) vergleichbar. Der Rissausgang von der Oberfläche deutet darauf hin, dass der Oberflächeneinfluss entscheidend ist.

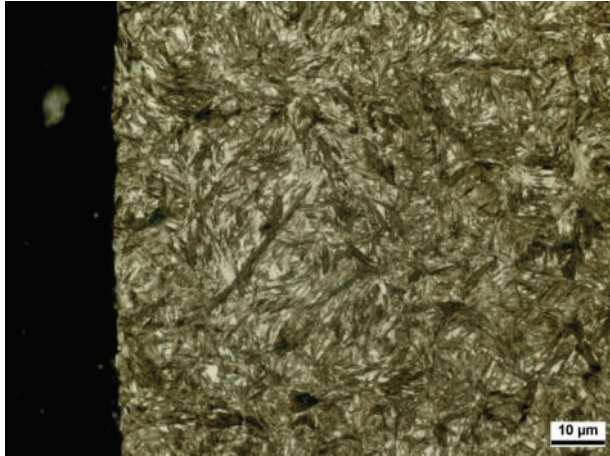


Abbildung 193: Randbereich SP 20CrMo4

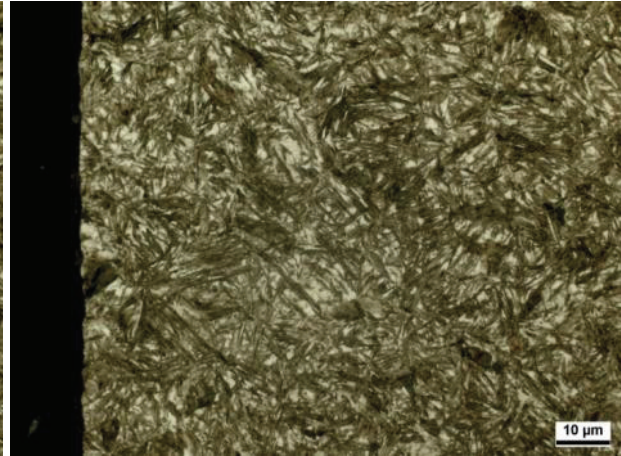


Abbildung 194: Randbereich MEV 20CrMo4

#### 6.4.2 18CrNiMo7-6

Tabelle 6-3 gibt einen Überblick über die ermittelten Parameter der Weibullverteilung auf den einzelnen Lasthorizonten. Die Variante KCN erreichte die meisten Lastzyklen. Die Laststufe 1280 MPa wurde aufgrund einer Probe ausgewählt, die bei 1100 MPa nach 6 Millionen Lastzyklen abgeschaltet wurde. Es sollte sichergestellt werden, dass der hohe Lasthorizont keine Durchläufer enthält. Diese Variante war die einzige, an der Ausfälle durch Einschlüsse nachgewiesen wurden, die in der Randschicht zu einem vergleichsweise frühen Bruch führten. Bemerkenswert ist der nahezu der Kurzzeitfestigkeit der anderen Varianten entsprechende Lasthorizont von 1075 MPa, auf dem die Variante KCN noch Bruchlastzyklen von über einer Million erreichte.

Der Standardprozess schneidet auf beiden Lasthorizonten am schlechtesten ab. Die Variante MEV ist auf dem höheren Lasthorizont der Variante CBV leicht überlegen. Auf dem niedrigen Horizont stellt sich dies wiederum umgekehrt dar.

Obwohl 18CrNiMo7-6 durch sein Legierungskonzept nur wenig durch Manganeffusion beeinträchtigt wird, zeigte auch hier die Variante MEV Auswirkungen auf die Lebensdauer. Dies lässt nun, auch in Zusammenhang mit den Ergebnissen des 20CrMo4, zwei Schlüsse zu:

1. Manganeffusion durch Niederdruck-Aufkohlen verringert die Schwingfestigkeit.
2. Behandlung unter Stickstoffpartialdrücken führt zu einer Verbesserung der Schwingfestigkeit aufgrund der Verringerung der Manganeffusion.

Für die hervorstechenden Ergebnisse der Variante KCN können 2 Erklärungen in Betracht gezogen werden:

- In der Literatur wird der Einfluss von Restaustenit nach wie vor kontrovers diskutiert. Man geht davon aus, dass eine spannungsinduzierte Umwandlung des Restaustenits an der Riss Spitze zu einem Spannungsabbau durch die Umwandlungsdehnung und einer Festigkeitserhöhung durch die Umwandlung zu Martensit führen kann.

- Ein weiterer Einfluss auf die Lebensdauer hat der Eigenspannungszustand. Die Entstehung der Eigenspannungen ist ein komplexer Vorgang, in dem die Temperaturverteilung, die chemischen Gradienten und dadurch geänderte Stoffwerte sowie die Spannungen selbst Einfluss haben. Einsatzgehärtete Bauteile prägen üblicherweise Druckeigenspannungen aus. Betrag und Tiefenwirkung sind von den genannten Einflüssen abhängig. Druckeigenspannungen senken die Zug-Lastspannungen, wodurch die Lebensdauer steigt.

Tabelle 6-2: 18CrNiMo7-6, Übersicht der ermittelten Parameter der Weibullverteilungen

| 18CrNiMo7-6  |         |         |           |           |         |
|--------------|---------|---------|-----------|-----------|---------|
| Parameter    | Einheit | SP      | CBV       | KCN       | MEV     |
| $N_{63}$     | -       | 33'455  | 44'417    | 17'337    | 50'727  |
| m            | -       | 2,71    | 3,02      | 2,62      | 6,52    |
| Lasthorizont | MPa     | 1'100   | 1'100     | 1'300     | 1'100   |
| $N_{63}$     | -       | 757'337 | 1'132'665 | 3'306'287 | 485'670 |
| M            | -       | 0,80    | 0,72      | 0,58      | 1,08    |
| Lasthorizont | MPa     | 950     | 1'050     | 1'075     | 1000    |

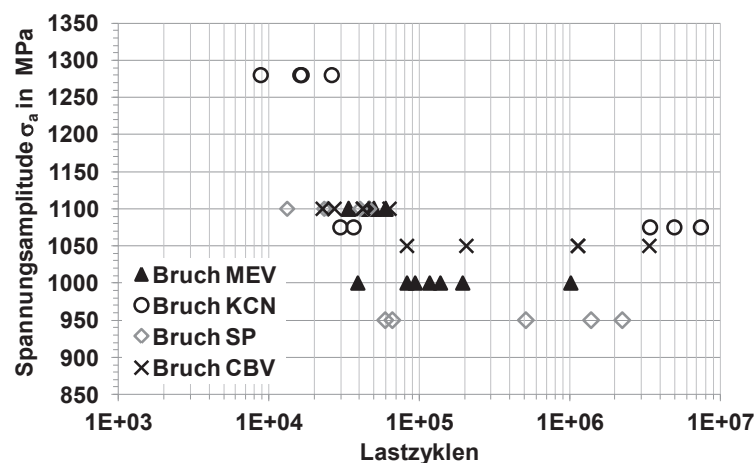


Abbildung 195: 18CrNiMo7-6, Zusammenfassung der gebrochenen Proben

Es sind somit weitere 2 Einflussgrößen auf die Variante KCN gegeben. Der Restaustenitgehalt ist mit gemessenen 43 % ca. doppelt so hoch wie der des Standardprozesses. Der zusätzliche Stickstoff in der Randschicht stabilisiert den Restaustenit und verändert damit das Umwandlungsverhalten und wird somit einen Einfluss auf den Eigenspannungszustand haben.



### 6.4.3 Ableitung der Zahnradvarianten aus den Ergebnissen der Umlaufbiegung

Die Ergebnisse der Umlaufbiegeuntersuchungen zeigen eindeutig, dass die Prozessführung während des Niederdruck-Aufkohlens die Lebensdauer beeinflusst. Der Standardprozess schnitt bei beiden Werkstoffen sowohl auf dem hohen Lasthorizont (der sich, außer bei der Ausnahme KCN des 18CrNiMo7-6 bei 1300 MPa, auf 1100 MPa befand) und auch den unterschiedlichen Lasthorizonten für Lastzyklen im Übergangsbereich am schlechtesten ab. Jede der einzelnen Optimierungsmaßnahmen führte zu einer Verbesserung der Lebensdauer, wobei die Auswirkung werkstoffabhängig unterschiedlich war (Tabelle 6-3).

**Tabelle 6-3: Qualitative Bewertung der Verbesserung der Lebensdauer in Umlaufbiegeversuchen durch die einzelnen Optimierungsmaßnahmen**

| Werkstoff          | Last-<br>horizont $\sigma$ | Lastzyklen bis zum Bruch |   |   |  |                   |
|--------------------|----------------------------|--------------------------|---|---|--|-------------------|
|                    |                            | Standard-<br>prozess     | Carbid-<br>bildung<br>verringern<br>CBV | Kurzzeit-<br>Carbonit-<br>rieren<br>KCN | Mangan-<br>effusion<br>verringern<br>MEV | Voroxi-<br>dation |
|                    |                            | SP                       |   |   |  | VOX               |
| <b>18CrNiMo7-6</b> | ↑                          | <b>O</b>                 | +                                       | +++                                     | ++                                       | +                 |
|                    | ↓                          | <b>O</b>                 | ++                                      | +++                                     | +  | ++                |
| <b>20CrMo4</b>     | ↑                          | <b>O</b>                 | ++                                      | +                                       | +++                                      | n / a             |
|                    | ↓                          | <b>O</b>                 | +                                       | ++                                      | +++                                      | n / a             |

↑/↓ = hoch / niedrig  
 O = Referenz  
 + = besser  
 ++ = deutlich besser  
 +++ = erheblich Besser

Die erzielten Werte lagen im Bereich der Literaturwerte. Dressel gibt Werte eines 16MnCr5 für Umlaufbiegefestigkeit nach Gasaufkohlen an [Dre08], die deutlich unterhalb der hier geprüften Variante SP liegen. Vermutlich handelt es sich dabei um eine nicht angelassene Variante. Eine direkte Vergleichbarkeit ergibt sich daher nicht. Angaben zu Oberflächengüte und Probendurchmesser werden nicht gemacht. Die CHD lag bei ca. 1,00 mm.

Clausen gibt für einen feinkornstabilisierten 18CrNiMo7-6 mit einer CHD von ca. 0,65 mm und ähnlichen Randkohlenstoffgehalten bei 950 MPa eine Bruchwahrscheinlichkeit von 50 % an [Cla11]. Der Standardprozess (Variante SP) führte auf diesem Lasthorizont zu 100 % Brüchen. Die Variante MEV allerdings wurde nach 3 Proben auf 1000 MPa hochgesetzt, nachdem es auf 950 MPa zu einem späten Bruch bei  $5,6 \cdot 10^6$  Lastzyklen und 2 Durchläufern kam. Daraus ergibt sich eine Bruchwahrscheinlichkeit von 30 % mit entsprechend großer statistischer Unsicherheit. Es zeigt allerdings, dass die Ergebnisse durchaus in den gleichen Bereichen liegen. Der gravierende Unterschied ist allerdings, dass es sich bei den von Clausen untersuchten Proben um eine nach einem Niederdruck-Aufkohlen geschliffene Variante handelt. Die Oberflächenrauheit war dort mit  $R_a = 0,27$  und  $R_z = 1,35$  wesentlich besser (vgl. 146

die hier geprüften Proben:  $R_a = 0,38 \mu\text{m} - 0,44 \mu\text{m}$  und  $R_z = 2,66 \mu\text{m} - 2,99 \mu\text{m}$ ). Dies zeigen auch die bei Clausen überwiegend an Einschlüssen ausgefallenen Proben an, während bei den hier erzielten Ergebnissen die Oberfläche als dominanter Rissausgangsort festgestellt wurde. Beachtlich ist dies auch in Hinblick auf die ermittelten Reinheitsgrade, bei denen der 20CrMo4 mit einigen Einschlüssen Größe K3 keine Einschlüsse als Rissausgangsort aufwies und der 18CrNiMo7-6 mit  $K3 = 1$  nur bei der sehr hoch belasteten Variante KCN teilweise an Einschlüssen ausfiel.

Je nach Bauart der Anlage lassen sich die Einzelmaßnahmen nicht immer sinnvoll kombinieren. Die verwendete Ipsen RVTC war darauf ausgelegt, die Diffusionssegmente im Vakuum zu fahren. Das bedeutete, eine Anhebung des Ofendrucks während dieser Segmente durch Stickstoff war nicht vorgesehen. Eine zusätzliche Hürde stellte die limitierte Anzahl programmierbarer Segmente der SPS dar. Jeder Wechsel des Prozessgases bedarf neben der Zugabe immer auch zwei Evakuierungsschritte. Bei einem auf 1,00 mm ausgelegten Prozess mit Kohlungssegmentdauern, die eine Carbidbildung vermeiden, konnten nicht genügend Prozessschritte programmiert werden.

Ein optimiertes Niederdruck-Aufkohlen stellte also eine Kombination aller Einzelmaßnahmen dar. Anlagenbedingt war dies jedoch nicht immer ohne Einschränkungen möglich. Wie die Ergebnisse zeigten, führte ein höherer Ofendruck unter Stickstoff immer zu geringerer Manganeffusion. Allerdings waren die Diffusionssegmentdauern bei einem auf eine Unterdrückung der Carbidbildung ausgelegten Prozess zu kurz, um eine ausreichende Zugabe von Stickstoff mit anschließender Evakuierung auf Acetylenfreigabedruck zu erreichen. Der Prozess wurde daher so ausgelegt, dass die Charge unter Stickstoff konvektiv erwärmt wurde, wovon man sich eine erste Verringerung der Manganeffusion bezüglich der Tiefe versprach. Da die Anlage ModulTherm ein Niederdruck-Aufkohlen im Bereich von 10 mbar durchführt und in den Diffusionssegmenten mit Stickstoff unter gleichen Druckverhältnissen spült, konnte man dies als ebenfalls effusionsvermindernd einstufen. Die Aufkohlungssegmente wurden entsprechend der Ergebnisse aus 5.2.1 und 5.3.2 auf maximal 0,5 min. Dauer ausgelegt, sodass eine CHD von  $1,00 \pm 0,1 \text{ mm}$  erreicht würde. Um eine unerwünschte Streuung der Kohlenstoffrandgehalte innerhalb der Charge zu vermeiden, erfolgte das Carbonitrieren wie auch an den Umlaufbiegeproben im Absenk- und Haltesegment auf Härtetemperatur. Der Prozess erfüllte somit alle als wirksam einzustufenden Optimierungsmaßnahmen. Im Kontext dieser Arbeit wird dieser Prozess unter der Bezeichnung "Opt.-18" geführt. Für eine Variation der Randelementgehalte wurde am 20MoCrS4 eine weitere Variante wärmebehandelt. Diese wird als "Opt.-20" bezeichnet.

Für die Vergleichbarkeit und Bewertung der Wirksamkeit bei anderer Bauteilgeometrie und Oberflächengüte der Zahnräder gegenüber den Umlaufbiegeproben erfolgte die Wärmebehandlung einer Vergleichsvariante mit einem üblichen Niederdruck-Aufkohlen ohne weitere

Optimierungsmaßnahmen, das jedoch die generellen technischen Anforderungen an ein-satzgehärtete Randschichten erfüllt (Restaustenitgehalt, Rand- und Kernhärte, Härtetiefe und auch carbidgefreie Randschicht). In dieser Arbeit heißt diese Variante NDAK (NDAK18 für 18CrNiMo7-6 und NDAK20 für 20MoCrS4).

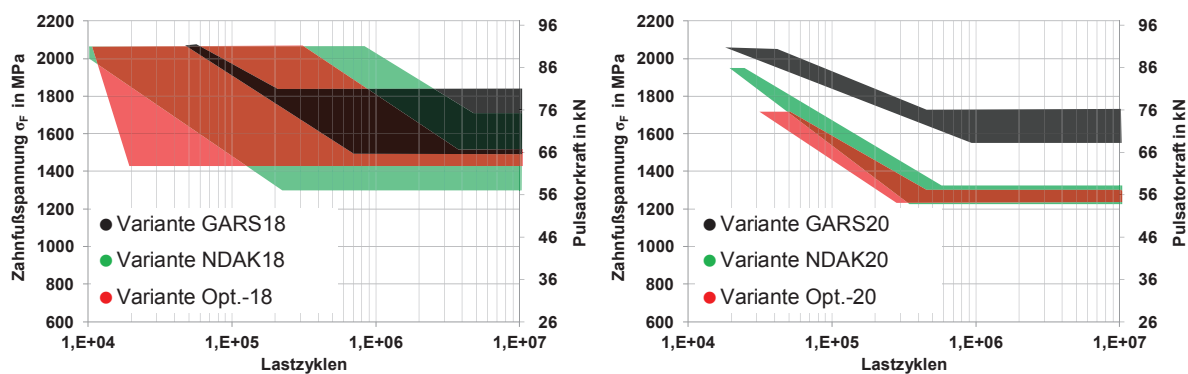
Als "Referenz" stellte Wegener Härtetechnik eine dem derzeitigen Stand der Technik entsprechende, gasaufgekohlte und reinigungsgestahlte Variante der Zahnräder her, die eine abschließende Einordnung der Ergebnisse von Opt.-18 und Opt.-20 ermöglichte. Diese "Referenz-Variante" wird hier als GARS (GARS18 für 18CrNiMo7-6 und GARS20 für 20MoCrS4) bezeichnet.

Die Ergebnisse der Umlaufbiegeversuche nach einer Voroxidation mit anschließendem Niederdruck-Aufkohlen müssen als abzugrenzendes Arbeitspaket aufgefasst werden. Sie wurden erst im Anschluss an die gesamten Zahnraduntersuchungen fertiggestellt. Da sich mit Hilfe des REM kein eindeutiger positiver Einfluss einer Voroxidation auf die Oberflächenqualität nachweisen ließ, sind die zugehörigen Experimente nicht weiter verfolgt worden. Weiterhin wiesen die Proben auch nach einem Niederdruck-Aufkohlen Oxidausscheidungen auf. Von einem derartigen Randschichtgefüge wurden keine Lebensdauersteigerungen erwartet. Erst mit einem Weißlichtinterferometer fand sich ein Messsystem mit hinreichender Messgenauigkeit. Den schließlich erhaltenen Ergebnissen nach führt eine Voroxidation zu positiven Veränderungen in der Ausprägung des thermischen Ätzens in der Art, dass die ausgebildeten Furchen flacher sind. Zusammen mit einer geregelten Voroxidationsbehandlung konnten schließlich fundierte Versuche durchgeführt werden, die eine Lebensdauersteigerung durch eine Voroxidation nahelegen. Aus den Resultaten lässt sich schließen, dass eine Voroxidation mit den angewendeten Parametern keinen Einfluss auf die Anreicherung der Randschicht durch ein Niederdruck-Aufkohlen hat. Sowohl voroxidierte als auch nicht voroxidierte Proben erzielten innerhalb derselben Charge eines Niederdruck-Aufkohlens die exakt gleiche CHD von 0,63 mm.

## 6.5 Auswertung der Pulsatorversuche der Zahnradvarianten

Eine hauptsächliche Motivation zur Durchführung der Untersuchungen war, durch die gezielte Optimierung auf den Stand der Forschung aufzusetzen [Stb06]. Hierin erreichte eine niederdruck-aufgekohlte Zahnradvariante Festigkeiten von gasaufgekohlten und anschließend gezielt festigkeitsgestrahlten Zahnrädern. Es wäre somit möglich mit einem Niederdruck-Aufkohlen auf den aufwendigen Fertigungsschritt des Strahlens zu verzichten. Deswegen wurde eine nicht durch eine Strahlbehandlung weiter bearbeitete aber prozessoptimierte Zahnradvariante aus einem Niederdruck-Aufkohlen einer dem technischen Stand entsprechenden gasaufgekohlten und reinigungsgestahlten Variante gegenübergestellt.

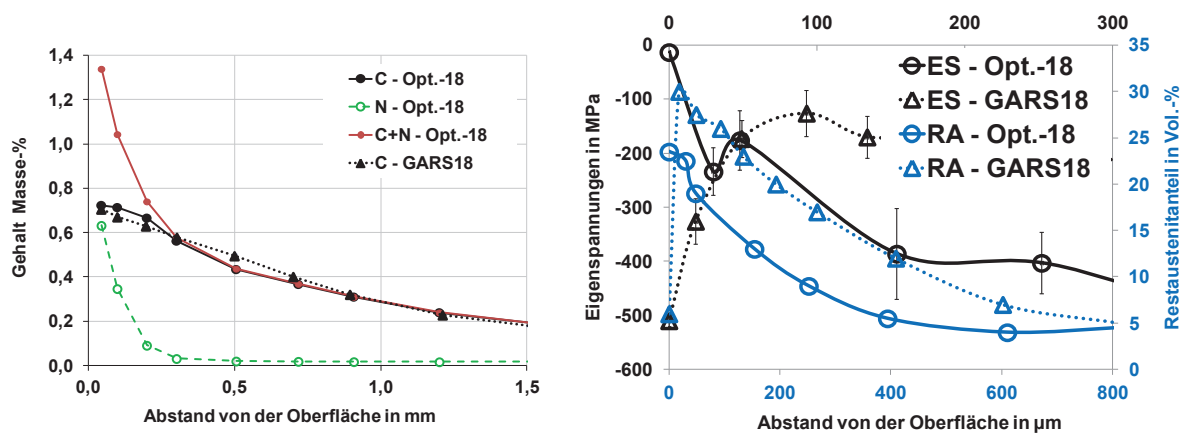
Die erhaltenen Ergebnisse der Pulsatorversuche sind im Gesamtbild in Bezug auf die erreichten Lebensdauern eindeutig (Abbildung 196). Die als Referenzvariante gasaufgekohlt und anschließend reinigungsgestrahlt Zahnräder erreichten die höchsten Schwingspielzahlen, sowohl in der Zeit- als auch in der Dauerfestigkeit. An 18CrNiMo7-6 muss man dies mit einer Einschränkung darauf betrachten, dass es keine im Vergleich zu den anderen Varianten frühen Brüche im Zeitfestigkeitsgebiet gab. Allerdings kam es auch nicht zu späten Brüchen, was sich eindrücklich in der sehr geringen Streuung bei höheren Lasten darstellt. In Bezug auf eine technische Verwendung ist dieser Zustand sicher zu bevorzugen, da sich die Auslegung eines Getriebes zielgerichteter berechnen lässt. In Bezug auf die durchgeführten Untersuchungen und die Zielsetzung einer Lebensdauersteigerung sind gerade die Abweichungen der anderen Varianten interessant.



**Abbildung 196: Zusammenfassung 80%-Vertrauensbereiche der Wöhlerdiagramme des 18CrNiMo7-6 (links) und des 20MoCrS4 (rechts)**

Die ermittelten Eigenschaften der an den Zahnradern durch die unterschiedlichen Wärmebehandlungen eingestellten Randschichten geben Hinweise auf die Ursache für das festgestellte Bruchverhalten. Der gemessene Restaustenitgehalt im oberflächennahen Bereich der Variante Opt.-18 von 23,5 Vol.-% erscheint in Anbetracht des in Summe hohen Gehalts an Kohlen- und Stickstoff von immerhin 1,35 Ma.-% zu niedrig (Abbildung 197, links und rechts). Die Variante GARS18 enthält trotz des geringeren Kohlenstoffgehalts (0,7 Ma.-%) mehr Restaustenit (30 Vol.-%). Nur der direkte, oberflächennahe Bereich zeigt einen Abfall im Restaustenitgehalt mit einhergehend zunehmenden Eigenspannungen in den Druckbereich. Dies wurde offenbar durch die Strahlbehandlung ausgelöst, sodass sich durch die Volumenzunahme bei der (spannungsinduzierten) Umwandlung von weiteren Teilen des Restaustenits zu Martensit höhere Druckeigenspannungen gebildet haben. Die Erklärung für die geringeren Restaustenitgehalte der Variante Opt.-18 im Bereich bis 0,4 mm Abstand von der Oberfläche ist, dass sowohl der Stick- als auch der Kohlenstoff nicht vollständig in Lösung vorlagen, sondern in Ausscheidungen feiner Misch-Carbonitride abgebunden wurde. Diese lassen sich in Abbildung 179 (Seite 127) o. I. als kleine dunkle Punkte bereits im ungeätzten Schliff erkennen. Das Wärmebehandlungsergebnis von Opt.-18 stellt sich im geätzten Schliff

ohnehin nicht wie gewünscht dar. Erfahrungsgemäß bildet ein Stahl der Sorte 18CrNiMo7-6



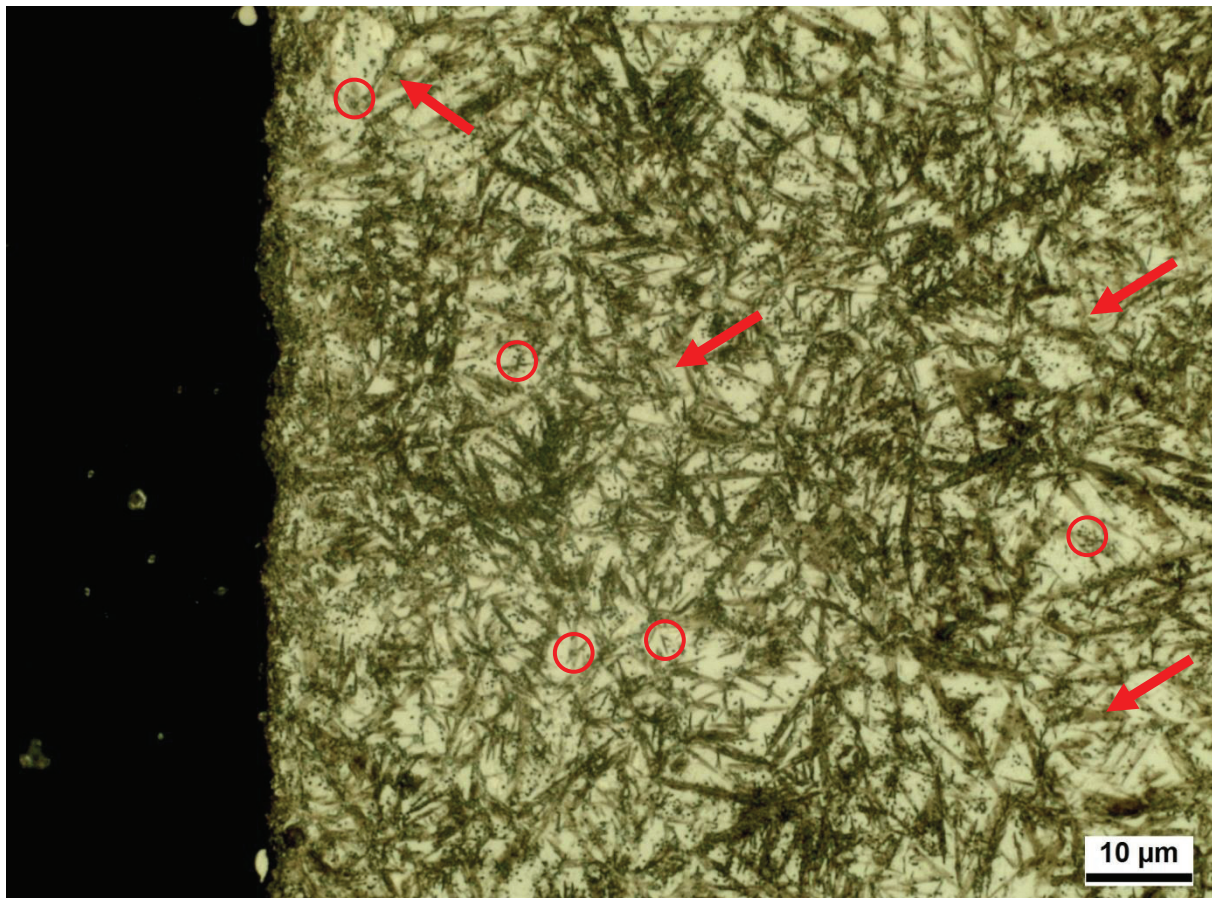
**Abbildung 197, links: 18CrNiMo7-6, Elementtieftenerläufe im Vergleich; rechts ES und RA-Gehalte im Vergleich**

schon bei in Kombination geringeren Gehalten von Kohlen- und Stickstoff um 1 Ma.-% einen blockartigen, massiveren Austenit aus, als hier beobachtbar ist (Abbildung 198) [Stb17]. Der Austenit enthält hier vielfach Martensitnadeln. Es liegen sogar Ausscheidungen innerhalb des Austenits vor um die sich offenbar ein niedrig angelassener und daher hell angeätzter Martensit gebildet hat. Es ist wahrscheinlich, dass durch die gebildeten Ausscheidung eine Verarmung des diese Ausscheidungen umgebenden Gefüges eintrat. In Folge ergaben sich abweichende Umwandlungseigenschaften in diesen Gefügeanteilen. Fraglich bleibt, zu welchem Zeitpunkt des Wärmebehandlungsprozesses die Ausscheidungen gebildet wurden. Während der Anreicherung hätten sie sich auf bzw. an den Korngrenzen gebildet, die aufgrund der hohen Fehlstellendichte als bevorzugte Diffusionswege wirken und somit die höchsten Legierungselementgehalt aufweisen. Da sie allerdings innerhalb des Restaustenits vorliegen, ist eine Bildung während des Abkühlens/Abschreckens naheliegend. Die Prozessprotokolle geben keinen Hinweis auf eine unzulässige Abweichung des eigentlichen Prozessablaufs. Denkbar ist dennoch, dass die Umsetzzeit von der Heizkammer in die Abschreckkammer zu langsam war, um die Legierungselemente in einer derart interstitiell angereicherte Schicht in Zwangslösung zu halten. Da der Martensit allerdings schwach anätzt und demnach auch nicht bei 180 °C angelassen ist, scheint es sich dabei um bei einer Umwandlung von Restaustenit in der Anlassbehandlung selbst entstandenen Martensit zu handeln. Ein weiteres Indiz für Abweichungen in der oberflächennahen Schicht ist der vergleichsweise geringe HärteWert von ca. 640 HV1, während die Varianten NDAK18 und GARS18 ca. 680 HV1 erreichten (Tabelle 6-4, S. 154). Demnach erscheint also folgender Ablauf als denkbar:

- Die Randschicht wurde im abschließenden Prozesssegment über Ammoniakzugabe mit Stickstoff angereichert - es stellten sich annähernd die durch S-OES ermittelten Stoffkonzentrationen im Austenit ein.



- Der thermochemische Prozessabschnitt wurde abgeschlossen, die Zahnräder in die kalte Abschreckkammer umgesetzt.
- Die hierbei abnehmende Temperatur der Zahnräder unterschritt die Löslichkeitsgrenze für den in Summe hohen Gehalt an Kohlen- und Stickstoff.
- Es bildeten sich die in den Schliffbildern festgestellten Ausscheidungen - das Umgebende Gefüge verarmte dabei an den nun in den Ausscheidungen abgebundenen Legierungselementen.
- Im Abschreckvorgang bildete sich zunächst ein restaustenitreiches Gefüge aus
- Die Umgebungsbereiche der Ausscheidungen hatten eine nur geringe Anlassbeständigkeit des dort vorliegenden Restaustenits, sodass dieser in der abschließenden Anlassbehandlung zu Martensit umwandelte



**Abbildung 198: 18CrNiMo7-6, oberflächennaher Bereich der Randschicht von Variante Opt.-18**  
 - Pfeile weisen auf niedrig angelassen Martensit  
 - Kreise umgeben Ausscheidungen in Martensitnadeln innerhalb von Austenit

Betrachtet man vergleichend die Restaustenitanalysen der Varianten GARS18 und Opt.-18, fällt zudem eine durchgehende Abweichung auf (Abbildung 197, rechts). Die Variante GARS18 wies bei nahezu gleichem Kohlenstoffgehalt in größerem Abstand von der Oberfläche höhere Restaustenitgehalte auf. Also auch in Bereichen, die nicht durch die Aufstickung in Opt.-18 beeinflusst waren. Obwohl die Austenitisierungsbedingungen des Gasaufkohlungsprozesses denen der optimierten Variante entsprachen, unterschieden sich die Prozesse in den Abschreckbedingungen. GARS18 wurde in Härteöl, Opt.-18 mit Hochdruckstickstoff abgeschreckt. Die höhere Abschreckintensität des Härteöls und eine somit veränderte

Umwandlung des Austenits erzeugte sehr wahrscheinlich den größeren Restaustenitanteil dieser Variante in größeren Oberflächenabständen. An der Variante Opt.-18 kann schließlich folgendes in Bezug auf die Randschicht festgehalten werden:

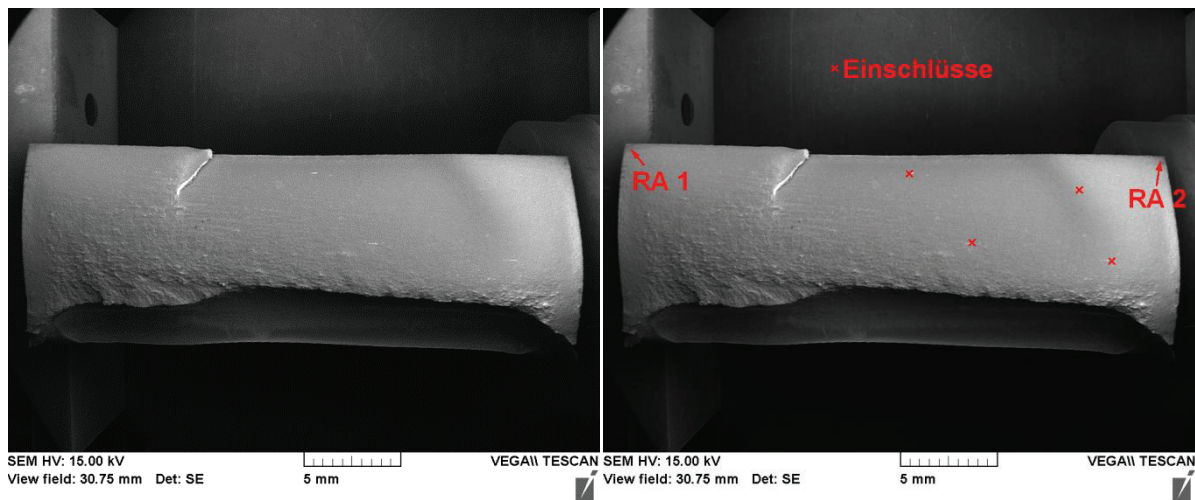
1. das oberflächennahe Gefüge ist nicht wie gewünscht
  - a. es liegen viele verteilte Ausscheidungen (Misch-Carbonitride) innerhalb des Restaustenits vor
  - b. teilweise liegen martensitische Anteile um diese Ausscheidungen im Austenit vor
2. die Eigenspannungen an der Oberfläche sind nahezu null
3. die Eigenspannungen in größeren Oberflächenabständen liegen im Vergleich zu den anderen Varianten am höchsten

Weiterhin zeigt diese Variante ein gegenüber den anderen abweichendes Bild, sowohl in der Zeit-, als auch in der Dauerfestigkeit. Die Zeitfestigkeit ist deutlich schlechter, mit großer Streuung auf den hohen Lasthorizonten und vielen frühen Brüchen. Die Basquinlinie für 90 % Bruchwahrscheinlichkeit zeigt so gut wie keine Zunahme der erreichten Schwingspielzahlen bei abnehmenden Lasten. Die Dauerfestigkeit setzt hingegen im Vergleich zu den anderen Varianten sehr abrupt ein und weist kaum Streuung auf. Das oberflächennahe Gefüge von Opt.-18 mit sprödem, niedrig angelassenem Martensit führte offenbar in Kombination mit einer Spannungsüberhöhung an der Ausscheidung zu sehr schlechten Zeitfestigkeitseigenschaften mit früher Anrissbildung. Auch bei niedrigen Spannungen wurde die Festigkeit des Werkstoffs in dieser Schicht überschritten. Zudem haben die niedrigen Eigenspannungen dort die Festigkeit weiter herabgesetzt. Die hohe Streuung weist auf das Vorhandensein weiterer Einflussgrößen hin. Wie auch an den Umlaufbiegeproben kann es sich um im 18CrNiMo7-6 sehr vereinzelt gefundene Verunreinigungen und vermehrte Oberflächenfehler durch den Wälzfräsprozess handeln. Da diese Einflüsse statistisch verteilt vorliegen und unter Umständen erst in Zusammenwirken mit ungünstigen lokalen Gefügeeigenschaften zum Anriss führen, folgt daraus eine große Streuung auf den einzelnen Lasthorizonten. Nun werden wiederum die Versuche interessant, die im Vergleich zu GARS18 hohe Schwingspielzahlen auf hohen Lasthorizonten erreicht haben. Geht die Variante Opt.-18 in die Dauerfestigkeit über, ist entweder einfach die Festigkeit der oberflächennahen Schicht auch in Zusammenhang mit anderen Fehlern ausreichend, um einen Anriss zu unterbinden oder das darunter liegende Gefüge mit vergleichsweise hohen Eigenspannungen verhindert weiteres bzw. schnelleres Risswachstum. In Folge dessen geht diese Variante dann innerhalb eines schmalen Spannungsintervalls in eine Dauerfestigkeit über.

Die Variante GARS 18 wies ein eher unübliches Zeitfestigkeitsverhalten mit sehr geringer Streuung auf. Die Hauptursache wurde in den Bruchbildanalysen mit Hilfe eines REM gefunden. Die Variante brach sehr oft an den Ecken der Zahnflanke (Abbildung 199). Die Ursache konnte nicht geklärt werden, vor allem, da alle Varianten in einem Los auf der gleichen Maschine gefertigt und anschließend durchmischt wurden. Ein Einfluss der Fertigung schließt

sich somit aus. Die Strahlbehandlung hat an dieser Variante zu Festigkeiten geführt, bei denen offenbar weitere Einflussgrößen der Oberfläche nicht mehr von Belang waren. Frühe Brüche fanden daher nicht statt. Wurde jedoch sozusagen die "Kantenfestigkeit" überschritten, brach der Zahn mit Rissausgang von dort zuverlässig. Lokal höhere Festigkeiten in oder unterhalb der Zahnflanken konnten so nicht zu einem vergleichsweise späteren, bruchverursachenden Rissausgang führen. Abweichende Bruchereignisse bei höheren Schwingspielzahlen im Zeitfestigkeitsgebiet der Variante GARS18 hätten den Vertrauensbereich auch in den Bereich niedrigerer Schwingspielzahlen erweitert. Der Eindruck des vergleichsweise schlechten Zeitfestigkeitsverhaltens der Varianten NDAK18 und Opt.-18 wird dadurch verstärkt. In der Tat zeigen diese beiden Varianten aber ein eher typisches Bild eines Wöhlerversuchs.

Im Zeitfestigkeitsverhalten erreicht die Variante Opt.-18 auch trotz späterer Brüche als GARS18 weniger Lastzyklen als die niederdruck-aufgekohlte Variante NDAK18. Der Übergang in die Dauerfestigkeit findet hingegen bei der optimierten Niederdruckaufkohlung bei höheren Lasten statt als am Standardprozess (NDAK18). Somit wurde zumindest ein Ziel an den Zahnradern aus 18CrNiMo7-6 erreicht: eine Steigerung der Dauerfestigkeit (Tabelle 6-5, S.154).



**Abbildung 199: 18CrNiMo7-6, Bruchbild bei 2040 MPa nach 60600 Lz. (REM)**

Besonders problematisch stellt sich die Einordnung der Ergebnisse der Variante Opt.-20 am 20MoCrS4 dar. Zunächst kann man festhalten, dass die Variante GARS20 hier ohne jede Einschränkung die höchsten Lebensdauern erreichte. Die Varianten NDAK20 und Opt.-20 sind allerdings nahezu identisch. Dies ist insofern erstaunlich, als dass die CHD der Variante Opt.-20 mit 0,27 mm nur etwa halb so groß wie die der Variante NDAK20 war. Wie in Kapitel 3.3.2.5 dargelegt wurde, hat aber die CHD gerade bei modulbezogen geringen Einsatzhärtungstiefen großen Einfluss auf die zu erwartende Zahnfußfestigkeit. In der vorliegenden ungünstigen Kombination, wobei die Variante NDAK20 mit einer  $CHD = 0,094 \cdot m_n$  und Opt.-1 mit  $CHD = 0,054 \cdot m_n$  vorlagen, kann hier eine deutliche Lebensdauerverminderung eintreten.



Dass dies allerdings den Ergebnissen nach nicht geschah, spricht wiederum dafür, dass die gewählten Optimierungsmaßnahmen zu einer Lebensdauersteigerung führten. Allerdings wurden die verbesserten Eigenschaften der Randschicht durch die viel zu geringe CHD und einer damit einhergehenden Festigkeitsminderung überlagert.

**Tabelle 6-4: Übersicht der erzielten Randschichtparameter der Zahnradvarianten**

|                    |         | 18CrNiMo7-6 |        |        | 20MoCrS4 |        |        |
|--------------------|---------|-------------|--------|--------|----------|--------|--------|
| Kurzbezeichnung    |         | GARS18      | NDAK18 | Opt.-1 | GARS20   | NDAK20 | Opt.-2 |
| Randkohlenstoff    | [Ma.-%] | 0,70        | 0,74   | 0,72   | 0,79     | 0,82   | 0,66   |
| Randstickstoff     | [Ma.-%] | -           | -      | 0,63   | -        | -      | 0,14   |
| Randhärte          | [HV1]   | 682         | 684    | 641    | 735      | 734    | 685    |
| CHD in 30°-Tang.   | [mm]    | 0,8         | 0,88   | 0,84   | 0,55     | 0,47   | 0,27   |
| Restaustenit Rand  | [V.-%]  | 6           | 16     | 23,5   | 2        | 13,5   | 11,5   |
| Eigenspannung Rand | [MPa]   | -510        | -158   | -13    | -567     | -416   | -260   |

**Tabelle 6-5: Zusammenfassung der errechneten Parameter der Basquin-Linien des 18CrNiMo7-6**

| 18CrNiMo7-6      |                  |          |           |           |
|------------------|------------------|----------|-----------|-----------|
|                  |                  | GARS18   | NDAK18    | Opt.-1    |
| <b>Dauerfest</b> | F = 90 %         | 80,67 kN | 75,49 kN  | 67,65 kN  |
|                  | N <sub>D90</sub> | 224.095  | 244.040   | 22.786    |
|                  | F = 50 %         | 74,72 kN | 68,32 kN  | 66,27 kN  |
|                  | N <sub>D50</sub> | 406.665  | 1.631.650 | 429.355   |
|                  | F = 10 %         | 66,25 kN | 58,42 kN  | 64,17 kN  |
|                  | N <sub>D10</sub> | 749.635  | 4.622.766 | 3.693.485 |
| <b>Zeitfest</b>  | k <sub>90</sub>  | 11,15    | 9,31      | 8,21      |
|                  | k <sub>50</sub>  | 10,11    | 8,65      | 3,05      |
|                  | k <sub>10</sub>  | 8,47     | 7,61      | 1,58      |

Die durchgeführten Bruchflächenuntersuchungen an Zahnradvarianten des 20MoCrS4 ergaben in den meisten Fällen eine ursächliche Beteiligung von Mangansulfiden. Hierdurch lässt sich die im Vergleich zu den Untersuchungen an 18CrNiMo7-6 weitaus geringere Streuung der Bruchereignisse auf den einzelnen Lasthorizonten erklären. Aufgrund der hohen Anzahl von Einschlüssen in dem verwendeten 20MoCrS4 bestand eine sehr hohe Wahrscheinlichkeit dafür, dass weitere festigkeitsvermindernde Faktoren mit diesen zusammenfallen oder diese selbst Bruchursache waren. Im Bereich von 100 bis 300 µm Oberflächenabstand verliefen die Eigenspannungen aller Varianten in einem Band von  $300 \pm 50$  MPa. An der direkten Oberfläche war die Variante GARS20 mit -567 MPa am weitesten im Druckbereich, der Unterschied zur Varianten NDAK20 mit -416 MPa ist jedoch nicht ausreichend groß um die unterschiedlichen Festigkeiten zu erklären. Denkbar ist, dass die Oberfläche durch die Strahlbehandlung in der Art verändert wurde, dass eine gesteigerte Festigkeit eingestellt wurde. Epp berichtet über solche Effekte in Zusammenhang mit der Strahlbehandlung zur Festigkeitssteigerung [Epp14]. In Bezug auf die dort veröffentlichten Ergebnisse sind die erzeugten Eigenspannungen und die Tiefenwirkung im hier vorliegenden Fall eher gering.

Mit einer optimierten Strahlbehandlung wurden von Epp bis zu -1000 MPa erreicht, was sehr wahrscheinlich zu einer noch deutlicheren Abhebung der GARS-Varianten geführt hätte. Stenico erreichte mit einem definierten Kugelstrahlen ebenfalls Werte leicht über -1400 MPa in etwa 0,02 bis 0,1 mm Oberflächenabstand, wobei am Rand um -600 MPa vorlagen [Ste07].

**Tabelle 6-6: Zusammenfassung der errechneten Parameter der Basquin-Linien des 20MoCrS4**

| <b>20MoCrS4</b>  |                  |               |               |               |
|------------------|------------------|---------------|---------------|---------------|
|                  |                  | <b>GARS20</b> | <b>NDAK20</b> | <b>Opt.-2</b> |
| <b>Dauerfest</b> | F = 90 %         | 75,91 kN      | 58,14 kN      | 56,97 kN      |
|                  | N <sub>D90</sub> | 438.102       | 572.219       | 488.182       |
|                  | F = 50 %         | 72,86 kN      | 56,5 kN       | 55,95 kN      |
|                  | N <sub>D50</sub> | 579.973       | 487.864       | 394.062       |
|                  | F = 10 %         | 68,32 kN      | 54,03         | 54,38 kN      |
|                  | N <sub>D10</sub> | 927.689       | 347.546       | 270.235       |
| <b>Zeitfest</b>  | k <sub>90</sub>  | 13,45         | 8,15          | 7,94          |
|                  | k <sub>50</sub>  | 13,63         | 7,38          | 7,38          |
|                  | k <sub>10</sub>  | 13,91         | 6,17          | 6,49          |

Im Zusammenhang mit den Ergebnissen der Umlaufbiegeversuche stellt sich generell die Frage, warum die angewendeten kombinierten Maßnahmen nicht zu einer Steigerung der Lebensdauer an den Zahnrädern geführt haben. Für Opt.-18 kann dies in erster Linie durch den hohen kombinierten Gehalt an Stickstoff und Kohlenstoff in der Randschicht in bisher nicht untersuchter Zusammensetzung und einer ungünstigen Randgefügeausprägung erklärt werden. Es handelte sich um eine Experimentalvariante, bei der die Eigenschaften höher stickstoffhaltiger Randschichten beurteilt werden sollte. Die resultierenden niedrigen Druckeigenspannungen wurden nicht erwartet und die erhaltenen Ergebnisse legen nahe, dass diese Kombination der Randschichtparameter ohne eine weitere Behandlung nicht sinnvoll war. Weiterhin bleibt die Frage offen, ob eine höhere Abschreckintensität, beispielsweise unter höherem Stickstoffdruck oder mit Helium andere Randschichteigenschaften erzeugt hätte. Die Variante Opt.-20 verfehlte die angestrebte CHD und kann daher nicht in direktem Zusammenhang abschließend bewertet werden. Sie zeigt allerdings Potential für eine Lebensdauersteigerung. Das Legierungskonzept des 20MoCrS4 der Zahnräder weicht leicht von dem des in den Umlaufbiegeversuchen eingesetzten 20CrMo4 ab. Daher kann ein Werkstoffeinfluss nicht ausgeschlossen werden. Eines der Hauptkriterien für die teilweise hohe Lebensdauersteigerung bei Umlaufbiegung war aber an der Variante KCN des 18CrNiMo7-6 wohl, dass die Oberflächenqualität durch die modifizierte Wärmebehandlung nicht mehr zwangsläufig bruchverursachend war. Dies zeigte sich durch die nun auch an Einschlüssen ausfallenden Umlaufbiegeproben. Da die Zahnräder im wälzgefrästen Zustand untersucht wurden, ist eine Abschwächung der positiven Effekte durch die erarbeiteten Op-



timierungsmaßnahmen, die zumeist die direkte Randschicht bzw. Oberfläche betrafen, denkbar. Während durch die geschliffene Oberfläche der Umlaufbiegeproben die Wahrscheinlichkeit für das Vorhandensein eines kritischen Oberflächenfehlers gering war, galt dies nicht für die Zahnräder. In diesem Fall stellt sich neben den erhöhten Eigenspannungen durch das Reinigungsstrahlen ein nicht durch die Optimierungsmaßnahmen hinreichend verringerte Einfluss der Oberfläche ein.

Ein weiterer wichtiger Aspekt bei einem Vergleich der Wirksamkeit eines vollständig optimierten Niederdruck-Aufkohlens mit den Ergebnissen der Umlaufbiegung und somit der Einzelmaßnahmen ist der Anlageneinfluss. Während die Referenzvarianten und die auf Einzeleffekte hin modifizierten Prozessführungen für die Umlaufbiegeuntersuchungen alle in der Ipsen RVTC wärmebehandelt wurden, entsprang jede Zahnradvariante einer anderen Anlage. Dieser Punkt lässt sich, wie bereits diskutiert, auch an den erstellten Restaustenit- und Eigenspannungsverläufen erkennen. Verfahrensbedingt ist eine Gegenüberstellung der Gasaufkohlung und des Niederdruck-Aufkohlens zwangsläufig mit der Verwendung verschiedener Anlagen gekoppelt. Dieses Problem wäre durch eine Aufteilung in Aufkohlen und gemeinsames Abschrecken der Teile als Einfachhärteprozess lösbar. Dieses Vorgehen spiegelt jedoch nicht die industrielle Vorgehensweise wieder und wurde wegen der fehlenden Praxisrelevanz verworfen. Die Ableitung des wirklichen Potentials der gewählten Varianten wäre nur durch einen Vergleich der üblichen Abschreckmethoden in Öl oder Hochdruckgas möglich, was den Versuchsumfang zu sehr vergrößert hätte. Es zeigte sich durch die Untersuchungen eindeutig, dass die genaue Prozessführung großen Einfluss auf die zu erwartenden Lebensdauer hat. Im Umkehrschluss bedeutet dies, dass bei gleicher Prozessführung anlagenbedingt unterschiedliche Lebensdauern resultieren können, die dann auch nicht immer durch eine Einfachhärtung in der gleichen Anlage vermieden werden können.

## 7 Zusammenfassung

An Einsatzstählen der Sorten 18CrNiMo7-6 und 20CrMo4 sowie 20MoCrS4 wurden Untersuchungen über die Auswirkungen von lebensdauervermindernden Nebeneffekten des Niederdruck-Aufkohlens durchgeführt. Es wurden gezielt Randschichtveränderungen und deren Auswirkung auf Festigkeitskennwerte untersucht, die durch thermisches Ätzen, Elementeffusion und/oder Carbidbildung erzeugt wurden. Anschließend erfolgte die Entwicklung und Untersuchung von Prozessstrategien zur Vermeidung und Abschwächung der einzelnen Effekte. In diesem Zusammenhang wurden Möglichkeiten zur Kombination einer optimierten Niederdruckaufkohlung mit einem Niederdruck-Carbonitrieren erarbeitet und die direkte Übertragung zwischen einer Forschungsanlage Ipsen RVTC und einer im Industrieinsatz befindlichen ALD ModulTherm analysiert. Mit jeweils auf einen einzelnen Effekt hin optimier-

ten Wärmebehandlungsprozessen erfolgte zunächst die Herstellung von Umlaufbiegeproben und Wöhlerversuche.

Durch jede Optimierungsmaßnahme konnte eine Lebensdauersteigerung erzielt werden, sodass basierend auf den Einzelmaßnahmen in einem weiteren Arbeitspaket vollständig optimierte Prozessführungsstrategien entwickelt werden konnten. An den Werkstoffen 18CrNiMo7-6 und 20MoCrS4 erfolgte die Herstellung entsprechend wärmebehandelter Zahnräder des Moduls 5 mit 24 Zähnen. Diese Varianten wurden jeweils gegenüber einer dem technischen Standard entsprechenden gasaufgekohlten, reinigungsgestrahlten und einer niederdruckaufgekohlten Variante in Pulsatorversuchen geprüft. Aus den Ergebnissen ließen neue Prozessführungsstrategien zum Niederdruck-Aufkohlen oder Niederdruck-Carbonitrieren ableiten. Diese Bestehen in einer auf das Legierungskonzept abgestimmten Dauer der Aufkohlungspulse und der Diffusionssegmente, einem Anheben des Prozessdrucks in den Diffusionssegmenten sowie einer Zugabe von Ammoniak zum Aufsticken der Randschicht. Vielversprechende Ergebnisse zur Wirksamkeit einer Voroxidation konnten aus Zeitgründen nicht in den getesteten Varianten berücksichtigt werden.

Die Carbidbildung während der bei einem Niederdruck-Aufkohlen üblichen pulsweisen Zugabe von Acetylen beeinflusste die Schwingfestigkeit der Randschicht, auch wenn diese zu Prozessende wieder aufgelöst waren. Werden die Aufkohlungspulse derart kurz gestaltet, dass es schon während des Pulses selbst nicht zu einer Carbidbildung kommt, steigt die Lebensdauer von Umlaufbiegeproben im Vergleich zu standardweise behandelten Proben mit ansonsten gleichen Randschichtparametern.

Die, verschiedenen Quellen nach [Cla03, Fra12], durch eine Druckerhöhung verminderte Manganeffusion konnte auch in den vorliegenden Untersuchungen nachvollzogen werden. Je höher der durch zusätzlich zugeführten Stickstoff angehobene Ofendruck war, desto geringer fiel die Manganeffusion aus. Die Berücksichtigung dieses Aspekts führt gegenüber nicht optimierten Prozessen zu einer Lebensdauersteigerung. Dieser Effekt ist bei dem höher manganlegierten Werkstoff 20CrMo4 als stärker als bei 18CrNiMo7-6.

Die größte Lebensdauersteigerung bei Umlaufbiegebeanspruchung konnte durch einen Niederdruck-Carbonitrierprozess an Proben des Werkstoffs 18CrNiMo7-6 erreicht werden. Der erzielte Randstickstoffgehalt betrug ca. 0,1 Ma.-%, der Randkohlenstoffgehalt 0,78 Ma.-%. Diese Variante fiel infolge der Festigkeitssteigerung der äußeren Randschicht als einzige Variante unterhalb der Oberfläche an Einschlüssen aus. Somit wurde die ansonsten als Rissausgang ausgemachten Oberflächenschädigungen nicht mehr wirksam. An 20CrMo4 wurde ebenfalls eine Lebensdauersteigerung durch ein Niederdruck-Carbonitrieren festgestellt. Diese fiel im Vergleich zu den Varianten mit verringerter Manganeffusion aber geringer aus.

In Untersuchungen, die den eigentlichen Arbeitspaketen aufgrund messtechnischer Probleme (die Auswirkungen des thermischen Ätzens konnten erst gegen Ende der Arbeiten zufriedenstellend gemessen werden) nachgeschaltet waren, konnte schließlich nachgewiesen werden, dass eine Voroxidation an 18CrNiMo7-6 bei 500 °C mit einer Dauer von 1 h zu einer Lebensdauersteigerung führte. Mit Hilfe eines Weißlichtinterferometers war es möglich, den Oberflächen eine maximale sowie durchschnittliche Furchentiefe und eine Furchendichte zuzuordnen. Während die Furchendichte und die durchschnittliche Furchentiefe zunahmen, sank die maximale Furchentiefe, sofern dem Niederdruckaufkochen eine Voroxidation vorgeschaltet war. Die in Schliffbildern durch die Voroxidation gebildete, nachgewiesene Eisenoxidschicht war nach Prozessende aufgrund der Wasserstoffhaltigen und daher reduzieren Ofenatmosphäre während des Niederdruck-Aufkohlens vollständig reduziert worden. Im direkten Oberflächenbereich fanden sich jedoch Gefügebereiche, die an Randoxidation erinnern.

Zahnräder, die mit vollständig<sup>6</sup> optimierten Prozessen wärmebehandelt wurden, konnten im Vergleich zu einer gasaufgekohnten, reinigungsgestrahlten Variante sowie einer nach Stand der Technik niederdruck-aufgekohnten Variante die erwarteten Lebensdauersteigerungen nur zum Teil erreichen. Im Falle des 18CrNiMo7-6 konnte dies überwiegend auf das durch hohe Stickstoffgehalte veränderte Umwandlungsverhalten und damit zusammenhängende, sehr geringe Druck-Eigenspannungen zurückgeführt werden. Im Zeitfestigkeitsgebiet kam es allerdings an der optimierten Variante zu vergleichsweise späten Brüchen. Die große Streuung ließ anhand dieser Einzelergebnisse allerdings keine positive Bewertung des Gesamtbilds zu. Das Dauerfestigkeitsverhalten war zwar schlechter zu bewerten, als eine gegenübergestellte gasaufgekohnte und reinigungsgestrahlte Variante, aber besser, als ein nicht optimierter Standard-Niederdruck-Prozess. Die optimierte Zahnradvariante aus 20MoCrS4 wies eine um ca. 50 % geringere CHD auf und konnte daher nicht direkt mit den Referenzvarianten verglichen werden. Der vorgegebene Randstickstoffgehalt, eine unterdrückte Carbidbildung und eine verringerte Manganeffusion wurde erreicht. Die ermittelten Zahnfußfestigkeiten waren allerdings trotz der geringen CHD mit dem Standardniederdruck-Aufkohlungsprozess vergleichbar. Daher wird angenommen, dass die angewendeten Maßnahmen Potential zu Festigkeitssteigerungen bieten.

Die Ergebnisse zeigen, dass neben den Werkstoff- und Verfahrenseinflüssen ein technisch relevanter Einfluss der verwendeten Anlagen vorliegt. Die Forschungsanlage wies neben vergleichsweise geringen erreichten Randstickstoffgehalten bei ansonsten gleicher Prozessführung ein deutliches Formierungsverhalten auf, welches insgesamt nur teilweise erklärt werden konnte. Bei einem Niederdruck-Carbonitrieren mit getrennt zugeführtem Acetylen und Ammoniak kam es zu Wechselwirkungen zwischen den Prozesssegmenten und einer

---

<sup>6</sup> vollständig im Sinne einer zu diesem Zeitpunkt technisch möglichen und erfolgversprechenden Kombination der Optimierungsmaßnahmen

verstärkten Aufkohlung in den Ammoniakzugabepulsen. Sogar rein unter Ammoniak behandelte Proben wiesen eine sehr deutliche Aufkohlung auf. Diese Wechselwirkung wurde als Ursache für technisch relevante Unterschiede der Gleichmäßigkeit der Elementverteilung und damit des Gefüges innerhalb einer Charge ausgemacht. Für den industriellen Einsatz dieses Verfahrens ergibt sich damit eine Übertragungsproblematik auf die jeweilige Anlage, die im Einzelfall bewertet werden muss.

## 8 Ausblick

Die Untersuchungen zeigten ein eindeutiges Potential des Niederdruck-Aufkohlens in Hinblick auf Prozessführungsstrategien auf, die zu einer Lebensdauersteigerung eingesetzt werden können. Diese konnte anhand einzeln untersuchter Effekte an Umlaufbiegeproben nachgewiesen werden. Die Kombination von Maßnahmen führte nach den Ergebnissen von Pulsatorversuchen an entsprechend wärmebehandelten Zahnrädern nur Teilweise zu der erwarteten Lebensdauersteigerung, wofür verschiedene Ursachen genannt wurden. Als eine mögliche Hauptursache wurden anlagenbedingte Unsicherheiten in der Prozessgestaltung des Niederdruck-Carbonitrierens identifiziert. Dies führte dazu, dass in der hauptsächlich eingesetzten Anlage Randschichtparameter nicht gezielt eingestellt werden konnten. Unterschiede in den Ergebnissen zwischen Teilen, die in der Anlage Ipsen RVTC bzw. ALD ModulTherm behandelt wurden und die zunächst dafür verantwortlich gemachten technischen Ursachen, stellten sich zumeist nur als teilweise effektbestimmend heraus. Zu einer vollständigen Aufklärung dieser Effekte sind weitergehende Untersuchungen nötig.

Der größte Einfluss von Anlagenkomponenten wurde durch die Chargiereinrichtung „Transportrolle“ verursacht. Vor dem Auswechseln der Transportrollen in der Ipsen RVTC durch Rollen mit passivem Oberflächenverhalten reagierte die Atmosphäre stark mit den Rollen. Nach dem Austausch lag ein verbessertes Formierungsverhalten vor.

Der weiterhin verbleibenden Unterschied in der Aufstickungswirkung zwischen der Ipsen RVTC (vergleichsweise geringe Randstickstoffgehalte auch bei hohem Ammoniakdruck) und ALD ModulTherm (vergleichsweise hohe Randstickstoffgehalten bei vergleichsweise geringem Ammoniakdruck) in den Ergebnissen ist abschließend nur über die Verwendung von Aluminiumoxid als Werkstoff für die Transportrollen erklärbar. Die Untersuchungen weisen darauf hin, dass der Restsauerstoffgehalt der Ofenatmosphäre den Ammoniakumsatz in Niederdruck-Carbonitrierprozessen stark beeinflusst. Hier wird ein hohes Entwicklungspotential gesehen. Die hierzu angestoßenen Untersuchungen konnten leider nicht im Zeitrahmen dieser Arbeit abgeschlossen werden.

In dieser Arbeit wurde das Niederdruck-Carbonitrieren eher als Optimierungsvariante eines Niederdruck-Aufkohlens angesehen. In der Tat ist das Niederdruck-Carbonitrieren aber eine eigenständige Prozessvariante des Einsatzhärtens. Es mag strittig sein, ob zuerst das Verfahren beherrschbar sein muss oder ob zunächst die Effektivität zu klären ist. Die in Bezug auf ein Niederdruck-Aufkohlen betrachteten Maßnahmen sollten demnach ebenfalls in Zusammenhang mit einem Niederdruck-Carbonitrieren gelten und in ihren Möglichkeiten bewertet werden.

Die Untersuchungen zeigten auf, dass durch eine Kombination einzelner Optimierungsmaßnahmen weitere Verbesserungen der Eigenschaften erzielt werden können. Es muss allerdings noch geklärt werden, ob sich mit anderen Gehalten von Randkohlenstoff und Rand-



stickstoff sowie Tiefen in Zusammenhang mit weiteren Optimierungsmaßnahmen noch höhere Festigkeitswerte erzielen lassen.

In diesem Zusammenhang sollte auch untersucht werden, ob und gegebenenfalls wie sich ein Niederdruck-Carbonitrieren durch den zusätzlich eingebrachten Stickstoff anders auf die enthaltenen Legierungselemente in den gängigen Einsatzstählen auswirkt, als Kohlenstoff allein. Da die Forschung auch in der jüngeren Vergangenheit weiteres Verständnis in die Wirkweise der Interstitutionselemente und auch die Wechselwirkungen mit anderen Legierungselementen hervor gebracht hat, ist eine Anpassung des Legierungssystems auf ein Carbonitrieren bzw. Niederdruck-Carbonitrieren zur gezielten Einstellung der Randgehalte von Kohlen- und Stickstoff notwendig.

Da einer der größten Nachteile der Niederdruckwärmebehandlung, die Elementeffusion, durch gesteigerte Drücke verringert werden kann, ist ein Prozess mit noch höheren Drücken denkbar. In der Literatur wurde über randoxidationsfreies Gasaufkohlen berichtet [Bis13]. Der Prozess läuft unter Drücken, die für eine Gasaufkohlung üblich sind und damit leicht über Umgebungsdruck. Allerdings wird die Anlage vollkommen mit Stickstoff geflutet und die Aufkohlung analog zum Niederdruck-Prozess über Zugabepulse mit Acetylen erreicht. Auch dieser Prozess lässt sich wegen der fehlenden Sauerstoffanteile nicht regeln, zeigt aber ähnliche Vorhersagegenauigkeit an, wie auch durch die Simulation bei einem Niederdruck-Aufkohlen erreicht wird. Bisher nicht geklärte Punkte sind dabei, wie gleichmäßig die Aufkohlung innerhalb von Chargen abläuft und ob sich in Bezug auf die Aufkohlung von komplexen Geometrien im Vergleich zu einem Niederdruck-Aufkohlen Nachteile ergeben.

Die Umlaufbiege-Untersuchungen in der Endphase des Projekts zeigten einen positiven Einfluss einer Voroxidation auf die Lebensdauer. Die Proben wiesen zwar im Vergleich mit zuvor verwendeten Proben eine leicht verbesserte Oberflächenqualität auf, die Randschicht zeigte allerdings eine Randoxidation. Die Grundlagenuntersuchungen erbrachten bereits vom Legierungstyp abhängige Ergebnisse. Trends konnten wegen der geringen Zahl an Parametern nicht nachgewiesen werden. Es bieten sich jedoch viel versprechende Ansatzpunkte, die bisher in Zusammenhang mit dem Niederdruck-Aufkohlen nur wenig untersucht wurden. Es konnte nachgewiesen werden, dass der Anreicherungsprozess mit Kohlenstoff durch ein Niederdruck-Aufkohlen von der Voroxidationsbehandlung nicht beeinflusst wird. Es bleibt zu klären, ob dies auch in Zusammenhang mit einem Niederdruck-Carbonitrieren der Fall ist. Zudem wären weitere Wechselwirkungen der Oxide mit der Ammoniak-Atmosphäre denkbar. In Anbetracht der veränderten Randschichtergebnisse unter Verwendung von Feuchtigkeit enthaltenem CFC als Ballastmaterial ist ein positiver Einfluss der Oxidschicht auf den Prozess der Stickstoffaufnahme aus adsorbierten  $\text{NH}_3$ -Molekülen möglich.

In der Literatur finden sich auch Angaben zu einer Lösung des Regelungsproblems bei einem Niederdruck-Aufkohlen [Grä13]. Es bleibt abzuwarten, ob das angekündigte

coulometrisch arbeitende System die Lücke zur Regelbarkeit des Gasaufkohlens schließen kann und ob die Vorteile die nötigen Investitionen in Anlagentechnik aufwiegen.

## 9 Literaturverzeichnis

- [AWT97] AWT Fachausschuss 5, Arbeitskreis 4 (Hrsg.): Die Prozeßregelung beim Gasaufkohlen und Einsatzhärten. Expert-Verlag, 1997
- [Alt02] Altena, H.: Niederdruckaufkohlung mit Hochdruck-Gasabschreckung. Grundlagen, Einsatzmöglichkeiten und Anlagentechnik. HTM 57 (2002) 4, S. 247-256
- [Alt03] Altena, H.; Schrank, F.: Niederdruck-Carbonitrieren - Prozessführung, Ergebnisse und Anlagentechnik. HTM 58 (2003) 4, S. 204-210
- [Alt06] Altena, H.; Schrank, F.; Heineck, S.: Prozessüberwachung und Regelung von Niederdruck-Aufkohlungsprozessen. HTM 61 (2006) 4, S. 195-206
- [Bac89] Bacher-Höchst, M.; Vöhringer, O.: Kenntnisstand zum Verformungs- und Bruchverhalten einsatzgehärteter Stähle – Teil2. HTM 44 (1989) 5, S. 304-316
- [Bar02] Bargel, H. J.; Schulze, G.: Werkstoffkunde. Springer-Verlag, 2002
- [Bis13] Bischoff, S.; Klümper-Westkamp, H.; Hoffmann, F.; Zoch, H.-W.; Rohde, J.: Gasaufkohlen unter Normaldruck und ohne Randschichtschädigung – erste Ergebnisse. HTM 68 (2013) 5, S. 199-206
- [Blu86] Blumenauer, H.; Pusch, G.: Technische Bruchmechanik. 2. Auflage, VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig, 1986
- [Bör76] Börnecke, K.; Käser, W.; Rösch, H.: Grundlageversuche zur Ermittlung der richtigen Härtetiefe bei Wälz- und Biegebeanspruchung. FVA Forschungsheft 36, FVA, 1976
- [Bra81] Brandis, H.; Preisedanz, H.; Schüler, P.: Über die Wirkung einiger carbidbildender Elemente auf den Verlauf der Aktivität des Kohlenstoffes in Fe-X-C-Legierungen im Temperaturbereich von 900 bis 1100 °C. HTM 36 (1981) 3, S. 121-127
- [Buc07] Buchholz, D.; Khan, R. U.; Graf, F.; Bajohr, S.; Reimert, R.: Modellierung des Pyrolyseverhaltens von Ethin unter den Bedingungen des Niederdruck-Aufkohlens von Stahl. HTM 62 (2007) 1, S. 5-12
- [Car12] Autorenkollektiv: Entwicklung des Niederdruck-Carbonitrierens zur Serienreife - CarboNit, Abschlussbericht zum BMBF-Forschungsvorhaben 03X3522, 2012
- [Cha69] Chatterjee-Fischer, R.; Schaaber, O.: Einige Betrachtungen zum Karbonitrieren im Gas. HTM 24 (1969) 2, S. 121-124

- [Cha76] Chatterjee-Fischer, R.: Randoxydation bei einsatzgehärteten Stählen. FVA Forschungsheft 33, FVA, 1976
- [Che90] Cheng, L.: Phase Transformations in Iron-Based Interstitial Martensites. Dissertation, Universität Delft, 1990
- [Cla03] Clausen, B.; Laue, S.; Burtchen, M.; Hoffmann, F.; Mayr, P.: Randschichtschädigung infolge Niederdruckaufkohlung. HTM 58 (2003) 1, S. 13-19
- [Cla08] Clausen, B.; Hoffmann, F.; Zoch, H.-W.: Beeinflussung der Randschicht durch die Einsatzhärtung, HTM 63 (2008) 6, S. 326-336
- [Cla11] Clausen, B.; Hoffmann, F.; Zoch, H.-W.: Untersuchung zur Umlaufbiegefestigkeit in Abhängigkeit der Prozesskette zur Herstellung von Bauteilen aus dem Mikrolegierten Werkstoff 18CrNiMo7-6. HTM 66 (2011) 1, S. 12-23
- [Coh92] Cohen, R. E.; Matlock, D. K.; Krauss, G.: Specimen Edge Effect on Bending Fatigue of Carburized Steel. Journal of Materials Engineering and Performance, Vol. 1 (5) Oct. 1992, S. 695-703
- [Dch04] Durand-Charre, M.: Microstructure of Steels and Cast Irons. Engineering Materials and Processes, Springer-Verlag, Berlin, 2004
- [DIN39] DIN 3990, Teil 1-5: Tragfähigkeitsberechnung von Stirnrädern. Beuth-Verlag, Berlin, 1987
- [Dre08] Dressel, K.; Grosch, J.: Einfluss des Anlassens auf Eigenschaften einsatzgehärteter Bauteile. HTM 63 (2008) 6, S. 315-325
- [Eck76] H.J. Eckstein, Technologie der Wärmebehandlung von Stahl, VEB Grundstoffind., Leipzig, 1976.
- [Epp14] Epp, J.; Zoch, H.-W.: Comparison of Water Jet Peening and Laser Shock Peening with Shot Peening for the improvement of fatigue properties of case hardened steel gears, 12th International Conference on Shot Peening, 15.-18.09.2014, Goslar, Germany. Wagner, L. (Eds.), 2014, S. 214-219
- [Eys79] Eysell, F.W.; Heumüller, E.: Entwicklungstendenzen auf dem Gebiet der Niederdruckaufkohlung. HTM 34 (1979) 2, S. 83-90
- [Fer07] Ferguson, B. L.; Freborg, A. M.; Li, Z.: Residual stress and heat treatment - process design for bending fatigue strength improvement of carburized aerospace gears. HTM 62 (2007) 6, S. 279 - 284
- [Fra12] Franke, J.: Niederdruck-Aufkohlen. FVA-Forschungsheft 1039, FVA, 2012

- [Fra17] Franke, J.; Steinbacher, M.; Velten, M.; Hoffmann, F.; Zoch, H.-W.: Prozesstechnische Ansätze zur Optimierung des Wärmebehandlungsergebnisses des Niederdruck-Aufkohlens und des Niederdruck-Carbonitrierens - Teil 1. HTM 72 (2017) 1, S. 33-49
- [Fro94] Froberg, M. G.: Thermodynamik für Werkstoffingenieure und Metallurgen: Eine Einführung. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, 2. Auflage, Leipzig, 1981
- [Gav99] Gavriljuk, V. G.; Berns, H.: High Nitrogen Steels. Springer-Verlag Berlin, 1999
- [Gav99b] Gavriljuk, V. G.; Berns, H.: Precipitates in Tempered Stainless Martensitic Steels Alloyed with Nitrogen, Carbon or Both. Materials Science Forum, 1999
- [Gál08] Gálvez, M. E.; Halmann, M.; Steinfield, A.: Ammonia Production via a Two-Step  $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{AlN}$  Thermochemical Cycle. 1. Thermodynamic, Environmental, and Economic Analyses, Ind. Eng. Chem. Res., 2007, 46 (7), S. 2042–2046
- [Gra03] Graf, F.; Bajohr, S.; Reimert, R.: Pyrolyse des Aufkohlungsgases Propan bei der Vakuumaufkohlung von Stahl. HTM 58 (2003) 1, S. 20-23
- [Gra06] Graf, F.; Bajohr, S.; Buchholz, D.; Reimert, R.: Thermogravimetrische Untersuchungen zur Aufkohlungswirkung verschiedener Kohlenwasserstoffe. HTM 61 (2006) 2, S. 85-92
- [Grä99] Gräfen, W.; Edenhofer, B.: Die Beeinflussung der Kohlenstoffübertragung bei der Unterdruckaufkohlung. HTM 54 (1999) 5, S. 335-340
- [Grä01] Gräfen, W.; Edenhofer, B.: Acetylen-Unterdruckaufkohlung – eine neue und überlegene Aufkohlungstechnologie. HTM 56 (2001) 3, S. 185-190
- [Grä07] Gräfen, W.; Irretier, O.; Rink, M.: Die Beeinflussung der Stickstoffübertragung bei der Niederdruck-Carbonitrierung. HTM 62 (2007) 2, S. 71-76
- [Grä13] Gräfen, W. u. a.: Sensor für die Regelung der Kohlenstoffübertragung bei der Niederdruckaufkohlung. HTM 68 (2013) 2, S. 69-76
- [Grs96] Gross, D.: Bruchmechanik. 2.Auflage, Springer, 1996
- [Hag11] Hagymasi, L.; Waldenmaier, T.; Schulze, V.; Reimert, R.: Modellierung und Simulation der Oberflächenkinetik beim Niederdruck-Carbonitrieren. HTM 69 (2014) 3, S. 155-164
- [Hai02] Haibach, E.: Betriebsfestigkeit – Verfahren und Daten zur Bauteilberechnung. 2. Auflage, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, 2002



- [Hip01] Hippenstiel, F.: Mikrolegierte Einsatzstähle als maßgeschneiderte Werkstofflösung zur Hochtemperaturaufkohlung von Getriebekomponenten. Dissertation, RWTH Aachen, 2001
- [Hip05] Hippenstiel, F.: Vortrag auf dem Härtereikolloquium 2005 in Wiesbaden.
- [Hip05b] Hippenstiel, F.; Caspari, R.: Metallurgische und fertigungstechnische Maßnahmen zur Steigerung der Einhärbarkeit von Einsatzstählen. HTM 60 (2005) 1, S. 28-32
- [Hof95] Hoffmann, F.; Liedtke, D.; Wyss, U.; Zoch, H.-W.: Der Aufkohlungsvorgang. HTM 50 (1995), S. 86-93
- [Hom02] Hoffmann, R.; Vogel, W.: Randoxidation – Ursache, Ausmaß, Auswirkung. HTM 57 (2002) 1, S. 49- 57
- [Hor78] Hornbogen, E.: Martensitic Transformation at a Propagating Crack. Acta Metallurgica 26 (1978), S. 147- 152
- [Hüc83] Hück, M.: Ein verbessertes Verfahren für die Auswertung von Treppenstufenversuchen. Mat.-wiss. u. Werkstofftech. 14 (1983), S. 406–417
- [Jan03] Janssen, J.: Untersuchung von Oxidationsprozessen an Oberflächen von FeCr-Legierungen und Austenitstahl mittels Röntgenabsorptionsspektroskopie unter streifendem Einfall. Dissertation, Universität Bonn, 2003
- [Jän84] Jäniche, W. et al.: Werkstoffkunde Stahl – Band 1: Grundlagen. Springer-Verlag Berlin, Verlag Stahleisen m.b.H. Düsseldorf, 1984
- [Jän85] Jäniche, W. et al.: Werkstoffkunde Stahl – Band 2: Anwendung. Springer-Verlag Berlin, Verlag Stahleisen m.b.H. Düsseldorf, 1985
- [Kle02] Kleff, J.; Kellermann, I.; Mallener, H.; Wirth, M.-S.: Niederdruck-Aufkohlen und -Gasabschrecken – Leistungsvergleich mit konventionellem Einsatzhärten. HTM 57 (2002) 4, S. 257-267
- [Koc15] Koch, D.; Hagymási, L.; Waldenmaier, T.; Bajohr, S.; Reimert, R.: Niederdruck-Carbotritieren mit Aminen. HTM 70 (2015) 4, S. 171-182
- [Lae06] Laue, S.; Bomas, H.; Hoffmann, F.; Mayr, P.: Influence of surface Condition on the fatigue behavior of specimens made of a SAE 5115 case-hardened steel. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, Vol. 29 (3) Jan. 2006, S. 229-241

- [Lee74] Lee, H. M.: Carbon Activity in Austenite. Metallurgical Transactions (1974) Vol. 5, S. 787-789
- [Lim80] Limque, F.; Bless, F.: Erfahrungen mit Hochdruck-Gasabschrecken sowie Aufkohlen in Vakuumöfen. HTM 35 (1980) 5, S. 238-244
- [Lom11] Lombardo, S.; Steinbacher, M.: Carbonitrieren von verzahnten Getriebebauteilen, Forschungsvorhaben Nr. 513 I, Abschlussbericht, FVA, 2011
- [Lom15] Lombardo, S.; Tobie, T.; Stahl, K.; Steinbacher, M.; Hoffmann, F.: Neue Rand-schichtgefüge carbonitrierter Bauteile und deren Festigkeitseigenschaften, Teil 2: Tragfähigkeitseigenschaften carbonitrierter Zahnräder. HTM 70 (2015), S. 218-226
- [Lui63] Luiten, C. H.: Wärmebehandlung mit neuartigen Vakuumöfen in den Vereinigten Staaten. HTM 18 (1963) 3, S. 172-175
- [Mac73] Macherauch, E.; Wohlfahrt, H.; Wolfstieg, E.: Zur Zweckmäßigen Definition von Eigenspannungen. HTM 28 (1973) 3, S. 201-211
- [Mac11] Macherauch, E.; Zoch, H.-W.: Praktikum in Werkstoffkunde. Vieweg+Teubner Verlag, 11. Auflage, 2011
- [Man73] Mananc, J.: Structural Thermodynamics of Alloys. D. Reidel Publishing Company, 1973
- [Mei82] Meinhard, E.: Carbonitrieren – Warum und Wie? TZ für Metallverarbeitung 76 (1982) 10, S. 23-32
- [Mit83] Mittemeijer, E. J.; Van Rooyen, M.; Wierszyllowski, I.; Rozendaal, H. C. F.; Colijn, P. F.: Tempering of iron-nitrogen martensite. Zeitschrift für Metallkunde, 74 (1983), S 473-483
- [Mit95] Mittemeijer, E.J.; Slycke, J.T.: Die thermodynamischen Aktivitäten von Stickstoff und Kohlenstoff verursacht von Nitrier- und Carburieratmosphären. HTM 50 (1995) 2, S. 114-125
- [Mit10] Mittemeijer, E. J.: Fundamentals of Materials Science, The Microstructure–Property Relationship Using Metals as Model Systems. Springer, 2010
- [Mül14] Müller, C.; Hinkelmann, K.; Masendorf, R.; Esderts, A.: Zur Treffsicherheit der experimentellen Dauerfestigkeitsschätzung, Fakultät für Mathematik/Informatik und Maschinenbau, Technische Universität Clausthal, Fac3-14-02, 2014

- [Mur02] Murakami, Y.: Metal Fatigue: Effects of Small Defects and Nonmetallic Inclusions. Elsevier, Oxford, 2002
- [Neu68] Neumann, F.; Person, B.: Beitrag zur Metallurgie der Gasaufkohlung. Zusammenhang zwischen dem C-Potential der Gasphase und des Werkstückes unter Berücksichtigung der Legierungselemente. HTM 23 (1968) 4, S. 296-308
- [Neu94] Neumann, F.; Wyss, U.: Thermodynamische Grundlagen zur Prozesskontrolle beim Aufkohlen in Gasen. HTM 49 (1994) 3, S. 207-214
- [Rad07] Radaj, D.; Vormwald, M.: Ermüdungsfestigkeit - Grundlagen für Ingenieure. 3. Auflage, Springer, Berlin, 2007
- [Rah77] Rahmel A.; Schwenk, W.: Korrosion und Korrosionsschutz von Stählen, Verlag Chemie, Weinheim, 1977
- [Raz85] Razim, C.: Restaustenit – zum Kenntnisstand über Ursache und Auswirkung bei einsatzgehärteten Stählen. HTM 40 (1985) 4, S. 150-165
- [Rea11] Reardon, A. C.: Metallurgy for the Non-Metallurgist, Second Edition. ASM International, 2011
- [Rón62] Rónay, M.: Einfluß der Korngröße auf den Spröbruch und die Dauerfestigkeit von Stahl im ungleichmäßigen Spannungszustand. Archiv für das Eisenhüttenwesen Jg. 33 (1962) Heft 7, S. 485-489
- [Sau90] Sauter, J.; Schmit, I.; Schulz, M.: Einflußgrößen auf die Leistungsfähigkeit einsatzgehärteter Zahnräder. HTM 45 (1990) 2, S. 98-104
- [Sca03] Schatt, W.; Worch, H.: Werkstoffwissenschaft. Wiley-VCH Verlag, 9. Auflage, 2003
- [Sct52] Schmidt, T.: Die Grundlagen der Gasaufkohlung. Härterei-Technische Mitteilungen, Sonderheft Gasaufkohlen, Verlag -das Industrieblatt- Stuttgart, Deutsche Verlagsanstalt, 1952, S. 11-29
- [Sly81] Slycke, J.; Ericsson, T.: A Study of Reaction Occurring during the Carbonitriding Process (Part I). Journal of Heat Treating Vol. 2 No. 1 (1981), S. 3-19
- [Sly81b] Slycke, J.; Ericsson, T.: A Study of Reaction Occurring during the Carbonitriding Process (Part II). Journal of Heat Treating Vol. 2 No. 2 (1981), S. 97-112.
- [Sos13] Soshina T.V.; Zisman, A. A.; Khlusova, E. I.: Revelation of former austenite Grains by Thermal Etching in a Vacuum With Low Carbon Steel TMT Simulation. (Metallurgist, Vol. 57, Nos. 1–2, May, 2013 (Russisches Original Nr. 1–2, Jan.–Feb., 2013) 2013 Springer Science+Business Media New York, S. 128-136

- [Stb06] Steinbacher, M.; Stenico, A.: Prozesssicheres Hochtemperaturaufkohlen feinkornstabilisierter Stähle in Atmosphären- und Vakuumöfen. FVA-Forschungsheft Nr. 800, FVA, 2007
- [Stb12] Thermogravimetrische Messungen beim Niederdruck-Aufkohlen als Grundlage für Simulationen. Dissertation, Universität Bremen, 2012
- [Stb17] Steinbacher, M.; Skalecki, M. G.; Saddei, P.; Böcker, M.; Zoch, H.-W.: Advanced Multi-Phase Microstructure Investigation of Carbonitrided Samples. ASTM, Materials Performance and Characterization, Vol. 6 No. 6 (2017), S. 678-697
- [Ste07] Stenico, A.: Werkstoffmechanische Untersuchungen zur Zahnfußtragfähigkeit einsatzgehärteter Zahnräder. Dissertation, FZG, TU München, 2007
- [Tan97] Tanaka H.; Nagakura, S.; Nakamura, Y.; Hirotsu, Y.: Electron crystallography study of tempered iron-nitrogen martensite and structure refinement of precipitated Fe<sub>16</sub>N<sub>2</sub>. Acta Materialia 45 (1997) 4, S. 1401-1410
- [Tho89] Thoden, B.; Grosch, J.: Einfluss des Nickelgehalts auf das Kohlungsverhalten und den Härteverlauf bei einstufiger und (rechnergesteuerter) mehrstufiger Gasaufkohlung. Neue Hütte 34 (1989) 3, S. 96-99
- [Tob01] Tobie, T.: Zur Grübchen- und Zahnfußtragfähigkeit einsatzgehärteter Zahnräder, Dissertation, TU München, 2001
- [Win06] Winter, K.-M.: Nitrocarburizing with independently-controlled nitriding and carburizing potentials. Heat Processing 4 (2006) 3, S. 184-186
- [Wei98] Weissohn, K.-H.: Sauerstoffsonden - Anwendung in Wärmebehandlungsanlagen. HTM 53 (1998), S. 238-244
- [Zür89] Zürn, J.; Razim, C.: Über die Wirkung von Eigenspannungen auf die Schwingfestigkeit einsatzgehärteter Stähle. Einsatzhärten, AWT-Tagung, Arbeitsgemeinschaft, Wärmebehandlung und Werkstofftechnik (1989), S. 423-442